

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Jurica Jačan

Zagreb, 2016.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Izv.prof. dr. sc. Darko Landek

Student:

Jurica Jačan

Zagreb, 2016.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se svom mentoru, izv.prof.dr.sc. Darku Landeku na stručnoj pomoći tijekom izrade završnog rada i ukazanom povjerenju.

Također se zahvaljujem doc.dr.sc. Suzani Jakovljević i kolegi Dinu Bogdaniću na strpljenju i pomoći prilikom provedbe eksperimentalnog dijela rada.

Hvala mojoj obitelji na podršci i odricanju kako bi mi školovanje bilo što bezbrižnije.

Jurica Jačan



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Jurica Jačan**

Mat. br.: 0035187429

Naslov rada na
hrvatskom jeziku:

**Ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje tvrdih prevlaka
proizvedenih PACVD postupkom**

Naslov rada na
engleskom jeziku:

Erosion wear testing of hard coatings produced by PACVD process

Opis zadatka:

Postupkom plazmom potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze (PACVD) proizvode se površinski slojevi specifičnih svojstava na konstrukcijskim dijelovima i alatima. Prema dostupnoj literaturi i izvorima informacija u radu treba opisati provedbu postupka PACVD i međusobno usporediti svojstva tvrdih prevlaka TiN, TiN/TiCN i TiN/TiBN dobivenih ovim postupkom s naglaskom na ispitivanja otpornosti na erozijsko trošenje.

U eksperimentalnom dijelu rada provesti ispitivanja otpornosti na erozijsko trošenje česticama pijeska pod udarnim kutem 90° na površinu alatnih čelika za hladni rad u polaznom stanju (bez prevlake) te nakon prevlačenja višeslojnim prevlakama TiN/TiCN ili TiN/TiBN. Mjerenjem gubitka mase i analizom istrošenih površina svjetlosnom i skenirajućom elektronskom mikroskopijom, usporediti otpornost na erozijsko trošenje ispitanih tvrdih prevlaka u odnosu na neprevučene površine.

Na osnovi rezultata ispitivanja procijeniti utjecaj tvrdih prevlaka, na alatnim čelicima za hladni rad, na povišenje otpornosti na erozijsko trošenje i predložiti prevlake prikladne za ispitivane čelike.

Zadatak zadan:

25. studenog 2015.

Rok predaje rada:

1. rok: 25. veljače 2016.
2. rok (izvanredni): 20. lipnja 2016.
3. rok: 17. rujna 2016.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 29.2., 02. i 03.03. 2016.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2016.
3. rok: 19., 20. i 21. 09. 2016.

Zadatak zadao:

Izv.prof. dr.sc. Darko Landek

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Zoran Kunica

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA	VI
SAŽETAK	VII
ABSTRACT	VII
1. UVOD	1
TEORIJSKI DIO	2
2. ALATNI ČELICI ZA HLADNI RAD	3
2.1 Kemijski sastav i mikrostruktura	3
2.2 Toplinska obrada alatnih čelika za hladni rad.....	6
3. PREVLAČENJE POVRŠINA PACVD POSTUPAKOM	10
3.1. Opis PACVD postupka	10
3.2. Tvrde prevlake	14
3.2.1. Prevlake TiN, TiCN, TiBN.....	15
4. OTPORNOST NA EROZIJSKO TROŠENJE	19
4.1. Erozija česticama	19
4.2. Utjecajne veličine	21
4.3. Model erozijskog trošenja.....	25
4.4. Ispitivanje otpornosti na eroziju	27
4.4.1. Ispitivanje erozije suhim pijeskom	29
EKSPERIMENTALNI DIO	30
5. PLAN I PROVEDBA ISPITIVANJA	31
5.1. Plan ispitivanja.....	31
5.2. Provedba ispitivanja.....	34

6. REZULTATI ISPITIVANJA	39
6.1. Ispitivanje debljine prevlaka	39
6.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlaka.....	43
6.3. Ispitivanje hrapavosti površine	47
6.4. Gubitak mase erozijskim trošenjem.....	50
6.5. Analiza trošenih površina	54
7. ZAKLJUČAK	57
8. LITERATURA	58
PRILOZI	59

POPIS SLIKA

Slika 2.1. Mikrostruktura čelika proizvedenog (a) praškastom metalurgijom i (b) konvencionalnom tehnologijom	5
Slika 2.2. Postupci sferoidizacijskog žarenja čelika s 12% Cr: a) klasični, b) izotermički i c) modificirani	6
Slika 2.3. Žarenje za redukciju zaostalih naprezanja čelika s 12% Cr	7
Slika 2.4. TTT dijagram alatnog čelika za hladni rad X155CrVMo12-1	8
Slika 2.5. Dijagram popuštanja čelika X155CrVMo12-1 za razne temperature austenitizacije	9
Slika 2.6. Toplinska obrada čelika s 12% Cr	9
Slika 3.1. Shematski prikaz PACVD uređaja	11
Slika 3.2. PACVD uređaj tvrtke RÜBIG instaliran na Fakultetu strojarstva i brodogradnje	13
Slika 3.3. Procesi na površini za vrijeme PACVD prevlačenja	14
Slika 3.4. Višeslojne prevlake	15
Slika 3.5. TiN sloj snimljen na SEM-u	16
Slika 3.6. Shematski prikaz gradijentne TiCN prevlake	17
Slika 3.7. Shematski prikaz višeslojne gradijentne TiBN prevlake	18
Slika 4.1. Shema tribosustava erozije česticama	19
Slika 4.2. Jedinični sudar krute čestice s trošenom površinom	20
Slika 4.3. Utjecaj kuta udara na erozijsko trošenje krutim česticama.....	21
Slika 4.4. Utjecaj veličine krutih čestica na erozijsko trošenje	22
Slika 4.5. Utjecaj brzine gibanja na erozijsko trošenje krutim česticama pri kutu udara čestica 90°	23
Slika 4.6. Ovisnost brzine erozije o temperaturi za neke materijale pri različitom kutu udara.....	24
Slika 4.7. (a) oblik kratera i (b) mehanizam odnošenja kod duktilnih materijala	25
Slika 4.8. Sheme opreme za ispitivanje materijala erozijom	28
Slika 4.9. Shema ispitivanja otpornosti na eroziju česticama	29
Slika 5.1. Oblik i dimenzije ispitnih uzoraka za ispitivanje otpornosti na eroziju.....	32

Slika 5.2. Toplinska obrada ispitnih uzoraka izrađenih od K110 i K390 MC čelika za hladni rad: a) dijagram cjelokupnog postupka toplinske obrade K390 MC čelika, b) dijagram cjelokupnog postupka toplinske obrade K110 čelika, c) PACVD proces prevlačenja za nastanak duplex TiN/TiCN prevlake, d) PACVD proces prevlačenja za nastanak višeslojne TiN/TiBN prevlake.....	32
Slika 5.3. Ultrazvučna kupka	35
Slika 5.4. Vaga „Mettler“ Zurich	35
Slika 5.5. Uređaj za ispitivanje otpornosti na eroziju: a) izgled uređaja, b) shematski prikaz	36
Slika 5.6. Kvarcni pijesak B35, zrnatosti 0,063 – 0,355 mm	38
Slika 6.1. Mjerenje debljine prevlake: a) uređaj za mjerenje debljine prevlake, b) shematski prikaz ispitivanja	39
Slika 6.2. Trag trošenja na čeliku K110 snimljen na svjetlosnom mikroskopu nakon ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice: a) na uzorcima D2 s TiN/TiCN prevlakom, b) na uzorcima D3 s TiN/TiBN prevlakom	41
Slika 6.3. Trag trošenja na čeliku K390 MC snimljen na svjetlosnom mikroskopu nakon ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice: a) na uzorcima C2 s TiN/TiCN prevlakom, b) na uzorcima C3 s TiN/TiBN prevlakom.....	41
Slika 6.4. Shematski prikaz mjerenja adhezivnosti prevlake HRC metodom.....	43
Slika 6.5. Šest razreda klasifikacije mjerenja adhezivnosti prevlake metodom HRC....	44
Slika 6.6. Osnovni amplitudni parametri hrapavosti: a) najveća visina vrha profila (R_p), najveća dubina dola profila (R_v), najveća visina profila (R_z), b) srednje aritmetičko odstupanje (R_a)	47
Slika 6.7. Gubitak mase u ovisnosti o vremenu trošenja za ispitne uzorke od čelika K110 (D)	51
Slika 6.8. Gubitak mase u ovisnosti o vremenu trošenja za ispitne uzorke od čelika K390 MC (C)	51
Slika 6.9. Ukupni gubitak mase za uzorke iz skupine D nakon 60 min ispitivanja	52
Slika 6.10. Ukupni gubitak mase za uzorke iz skupine C nakon 60 min ispitivanja	53
Slika 6.11. Trošene površine uzoraka od čelika K110 snimljene na stereomikroskopu: a) uzorci D0, b) uzorci D2, c) uzorci D3	54

Slika 6.12. <i>Trošene površine uzoraka od čelika K390 MC snimljene na stereomikroskopu: a) uzorci C0, b) uzorci C2, c) uzorci C3.....</i>	54
Slika 6.13. <i>SEM slike erodiranih površina čelika K110 nakon 60 min: a) uzorci D0, b) uzorci D2, c) uzorci D3</i>	56
Slika 6.14. <i>SEM slike erodiranih površina čelika K390 MC nakon 60 min: a) uzorci C0, b) uzorci C2, c) uzorci C3.....</i>	56

POPIS TABLICA

Tablica 2.1. <i>Kemijski sastav i oznake skupine visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad.....</i>	4
Tablica 6.1. <i>Debljina prevlaka TiN/TiCN i TiN/TiBN na čeliku K110.....</i>	42
Tablica 6.2. <i>Debljina prevlaka TiN/TiCN i TiN/TiBN na čeliku K390.....</i>	42
Tablica 6.3. <i>Tragovi otisaka HRC ispitivanja na površini uzoraka D2 s TiN/TiCN prevlakom i D3 s TiN/TiBN prevlakom od K110 alalnog čelika</i>	45
Tablica 6.4. <i>Tragovi otisaka HRC ispitivanja na površini uzoraka C2 s TiN/TiCN prevlakom i C3 s TiN/TiBN prevlakom od K390 alalnog čelika</i>	46
Tablica 6.5. <i>Srednje vrijednosti parametara hrapavosti Ra i Rz na uzorcima skupine D izmjerene na uređaju Perthometer S85</i>	48
Tablica 6.6. <i>Srednje vrijednosti parametara hrapavosti Ra i Rz na uzorcima skupine C izmjerene na uređaju Surface Roughness Tester TR 200/210/220</i>	48

SAŽETAK:

U radu je opisano erozijsko trošenje tvrdih prevlaka na visokolegiranim alatnim čelicima za hladni rad K110 i K390 MC. Tvrde prevlake TiN/TiCN i TiN/TiBN su proizvedene plazmatski potpomognutim kemijskim prevlačenjem iz parne faze (PACVD). Određena je debljina prevlaka kalotestom, ispitana je adhezivnost prevlaka Rockwellovom metodom utiskivanja indentora te su također prikazani i rezultati hrapavosti površina. Ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje provedeno je određivanjem gubitka mase nakon 30 i 60 minuta trošenja u mlazu suhog pijeska. Trošene površine su analizirane svjetlosnom i skenirajućom elektronskom mikroskopijom. Ispitivanja su pokazala bolju erozijsku otpornost prevučениh uzoraka u odnosu na neprevučene s velikim utjecajem adhezivnosti i debljine prevlaka na rezultate ispitivanja.

Ključne riječi: PACVD, erozijsko trošenje, TiN/TiCN, TiN/TiBN.

ABSTRACT:

In this paper erosive wear of hard coatings, deposited on the high-alloyed tool steels for cold work K110 and K390 MC, is described. Hard coatings TiN/TiCN and TiN/TiBN were produced by the plasma-assisted chemical vapour deposition (PACVD). The thickness of the coatings is determined by the ball indentation test, adhesion of the coatings is tested by the Rockwell-C indentation test, and the results of the surface roughness are shown as well. Erosion resistance test were carried out, and the mass loss after 30, and 60 minutes of wear in the dry sand stream is determined. Worn surfaces were analysed by a light and scanning electron microscope. Tests showed higher erosion resistance of the coated samples in relation to non-coated samples, with high influence of the adhesion and coating thickness on the test results.

Key words: PACVD, erosive wear, TiN/TiCN, TiN/TiBN.

1. UVOD

Postupci prevlačenja u parnoj fazi u posljednje vrijeme doživljavaju veoma intenzivan razvoj i primjenu, prije svega kako bi produljili vijek trajanja i otpornost na trošenje alatnih materijala nanošenjem triboloških prevlaka. Tvrdе tribološke prevlake, nanese na alatne materijale, omogućavaju veće brzine rezanja prilikom postupka obrade odvajanjem čestica, mogu značajno smanjiti troškove izrade i održavanja alatnih materijala, zbog čega treba voditi računa o što kvalitetnijoj provedbi postupka prevlačenja.

Postupci kemijskog prevlačenja iz parne faze (engl. *Chemical Vapour Deposition*, CVD postupak) primjenjuju se pri temperaturama između 800 i 1000 °C, zbog čega su najprikladniji za primjenu na sinteriranim tvrdim metalima, međutim, zbog visoke temperature postupka i komplicirane toplinske obrade (ponovno kaljenje i popuštanje), rijetko se primjenjuju za prevlačenje alatnih čelika. Postupci fizikalnog prevlačenja iz parne faze (engl. *Physical Vapour Deposition*, PVD postupak) primjenjuju se na temperaturama oko 500 °C i prikladniji su za prevlačenje alatnih čelika prethodno kaljenih i popuštenih iznad 500 °C. Najveći nedostatak PVD postupka je zahtjev za direktnom vidljivosti površine obratka za prevlačenje i izvora materijala prevlake, što je ponekad nemoguće postići kod alatnih čelika. Postupci plazmatski potpomognutog kemijskog prevlačenja iz parne faze (engl. *Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*, PACVD postupak) uključuju elemente osnovnih procesa karakterističnih za CVD i PVD postupke što omogućuje sniženje temperature postupka do oko 200 °C. Time se proširuje primjena i na alatne čelike za hladni rad (do 200 °C) koji se popuštaju na niskim temperaturama zbog male otpornosti prema popuštanju.

Pojava oštećenja i odnošenja materijala udarom čestica o njenu površinu naziva se erozija i predstavlja ozbiljan problem prilikom transporta pneumatskim prijenosom. Odabranim kutom udara čestica od 90° u odnosu na površinu uzorka dat će prije svega uvid u otpornost prema umoru površine.

U radu se istražuje otpornost na erozijsko trošenje česticama pijeska pod udarnim kutom 90° višeslojnih prevlaka TiN/TiCN i TiN/TiBN nanesenih na površinu alatnih čelika za hladni rad.

TEORIJSKI DIO

2. ALATNI ČELICI ZA HLADNI RAD

Alatni čelici za hladni rad primjenjuju se za izradu alata koji se pri radu zagrijavaju do temperature 200 °C. Najvažniji zahtjevi koje alatni čelici za hladni rad moraju zadovoljiti su [1]:

- postojanost na trošenje,
- postojanost na udarce,
- postojanost na koroziju.

Navedeni zahtjevi trebaju biti zadovoljeni pri temperaturama 20...200 °C.

Alatni čelici za hladni rad, u ovisnosti o sadržaju legirnih elemenata, dijele se na niskolegirane i visokolegirane alatne čelike za hladni rad.

U radu su kao podloga za prevlačenje PACVD postupkom izabrana dva visokolegirana alatna čelika za hladni rad:

- **X155CrVMo12-1 (BÖHLER K110)** - proizveden konvencionalnim postupkom
- **BÖHLER K390 MICROCLEAN** - proizveden praškastom metalurgijom

2.1 Kemijski sastav i mikrostruktura

Visokolegirani alatni čelici za hladni rad sadrže više od 5% Cr, a osim kroma sadržavaju i legirne dodatke V, Mo i/ili W, dok je udio ugljika između 1 i 2 %C. Krom, kao najutjecajniji legirni element, odgovoran je za stvaranje karbida koji povišuju otpornost na trošenje, a ako je otopljen u austenitu (martenzitu), povišuje otpornost na koroziju. Što čelik sadrži manje ugljika (uz %Cr=const.), više će se kroma otopiti u austenitu te će čelik biti postojaniji na djelovanje korozije, dok viši sadržaj ugljika (uz %Cr=const.) omogućuje bolju zakaljivost čelika jer će više ugljika biti otopljeno u austenitu. Vanadij stvara iznimno tvrde karbide koji povećavaju otpornost na trošenje i tvrdoću pri povišenim temperaturama te u slučaju potrebe kaljenja s viših temperatura i izazivanja sekundarne tvrdoće, zajedno s Mo sprječava rast austenitnog zrna [1,2].

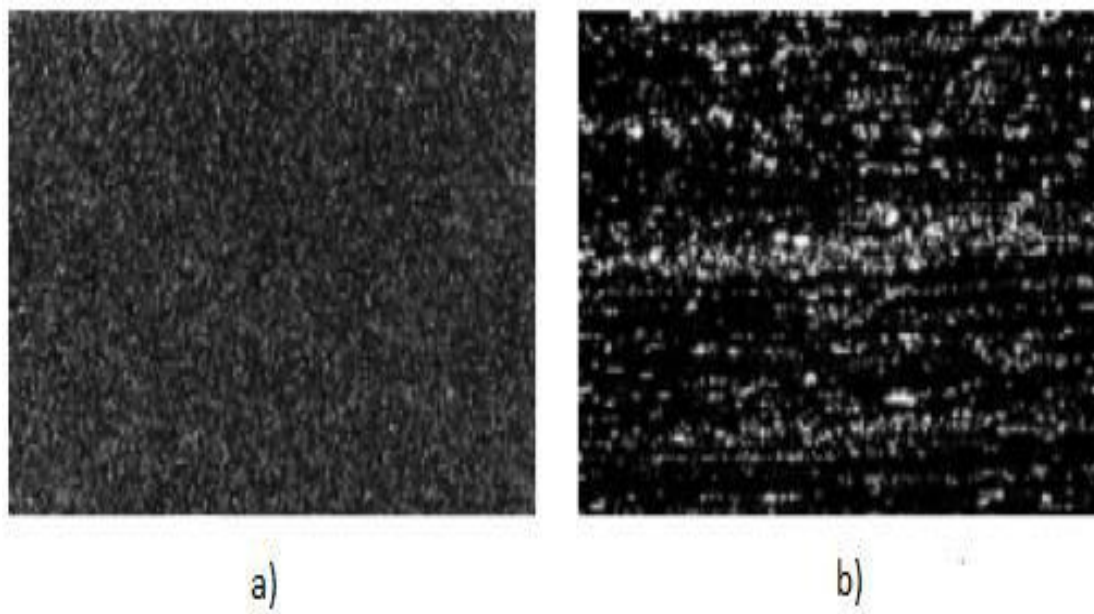
Kemijski sastav i oznake skupine visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad podeutektoidnog karaktera su prikazani u tablici 2.1.

Tablica 2.1. Kemijski sastav i oznake skupine visokolegiranih alatnih čelika za hladni rad [3,4]

Oznaka čelika	Kemijski sastav čelika, [%]								
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W	Co	Nb
X155CrVMo12-1 (K110)	1,55	0,30	0,30	11,30	0,75	0,75	-	-	-
X165CrMoV12	1,65	0,30	0,30	11,50	0,60	0,30	0,50	-	-
K390 MC	2,45	0,55	0,40	4,15	3,75	9,00	1,00	2,00	-
K490 MC	1,40	-	-	6,40	1,50	3,70	3,50	-	+

Struktura čelika u žarenom stanju pri 20 °C sastoji se od ferita i karbida tipa $(Cr,Fe)_7C_3$, pri čemu su karbidi eutektoidni, sekundarni i eutektični, dok su u čitavom rasponu temperatura austenitizacije (840...1200 °C) prisutne faze austenit i karbidi koji ostaju nerastvoreni (svi eutektički i dio sekundarnih karbida) sve do temperature solidusa.

Na slici 2.1. prikazana je usporedba mikrostruktura čelika proizvedenih praškastom metalurgijom (2.1a.) i konvencionalnom tehnologijom (2.1b.)



Slika 2.1. Mikrostruktura čelika proizvedenog (a) praškastom metalurgijom i (b) konvencionalnom tehnologijom [3]

Mikrostruktura dobivena praškastom metalurgijom (slika 2.1a.) sadrži sitne karbide koji su homogeno raspoređeni po masi pri čemu dobivamo potpunu izotropnost svojstava, višu otpornost na trošenje te bolja svojstva žilavosti u odnosu na čelik dobiven konvencionalnim postupkom čija se mikrostruktura (slika 2.1b.) sastoji od puno krupnijih karbida s neravnomjernim rasporedom uključaka te makro i mikro segregacijama.

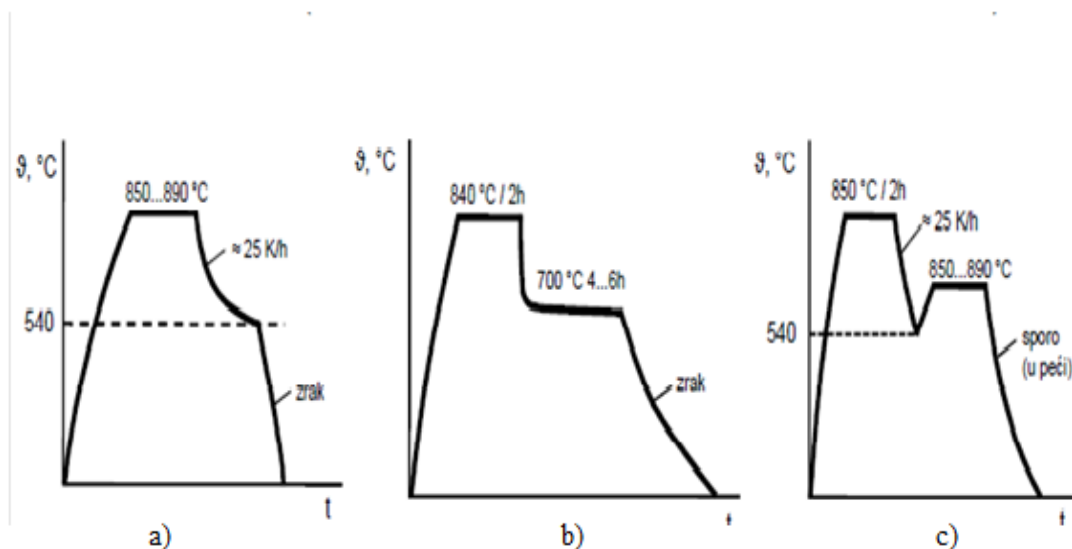
2.2 Toplinska obrada alatnih čelika za hladni rad

Pravilan odabir parametara toplinske obrade uvelike utječe na konačna svojstva alatnih čelika za hladni rad jer se u ovisnosti o njima mogu postići optimalna svojstva alata u određenim uvjetima rada. Za razliku od konstrukcijskih čelika, zbog većeg udjela ugljika i legiranih elemenata, alatni čelici zahtijevaju više temperature i pažljiviju provedbu postupka toplinske obrade.

Uobičajen slijed toplinske obrade alatnih čelika za hladni rad sastoji se od:

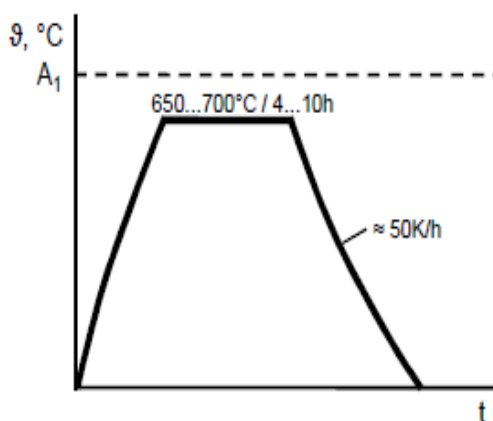
- žarenja (uobičajeno sferoidizacijsko i za redukciju zaostalih naprezanja),
- kaljenja,
- popuštanja (niskotemperaturno ili visokotemperaturno).

Sferoidizacijskim (mekim) žarenjem karbidi se prevode u kuglasti oblik i dobivamo nižu tvrdoću čelika koji je na taj način bolje oblikovljiv odvajanjem čestica. Prikaz sferoidizacijskog žarenja je na slici 2.2.



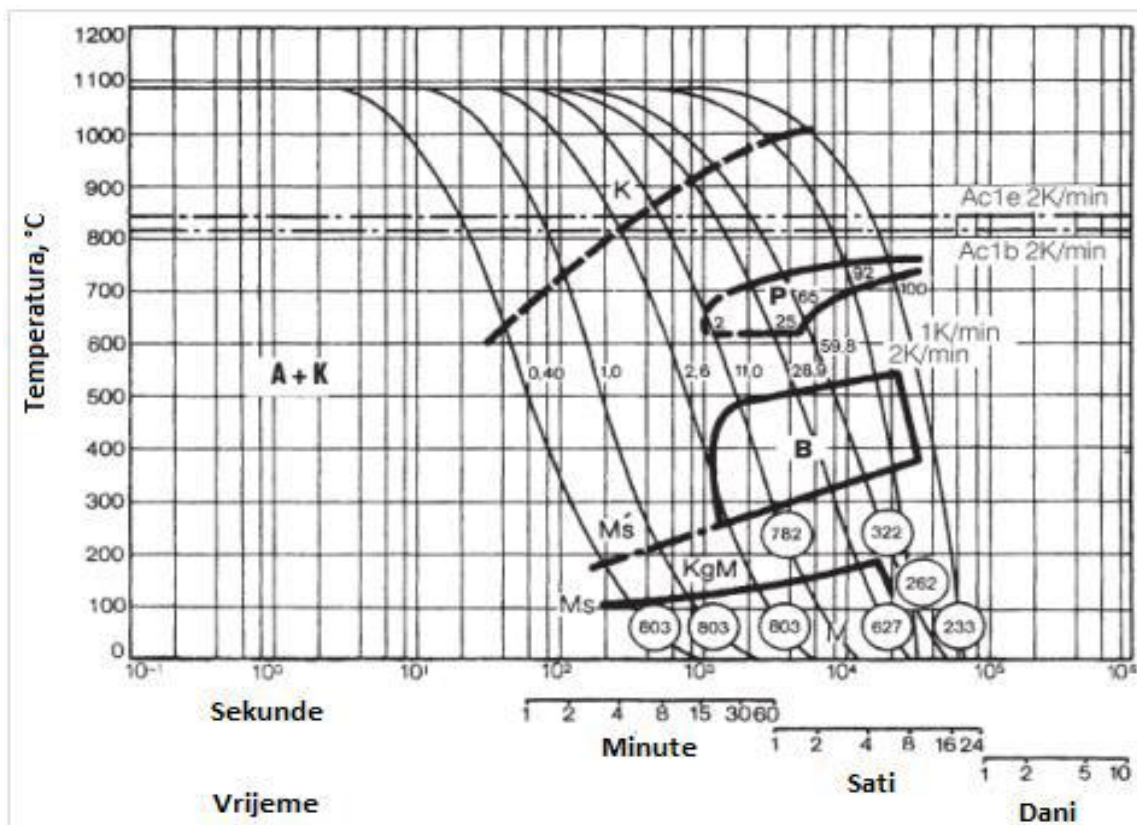
Slika 2.2. Postupci sferoidizacijskog žarenja čelika s 12% Cr: a) klasični, b) izotermički i c) modificirani [1]

Žarenje za redukciju zaostalih naprezanja se provodi nakon grube obrade odvajanjem čestica ili neke druge mehaničke obrade te u slučaju brzog ohlađivanja u tijeku izrade alata. Temperature na kojima se provodi su 650...700 °C uz držanje nekoliko sati te ohlađivanje koje ne smije biti brzo kako nebi došlo do pojave dodatnih naprezanja. Postupak žarenja za redukciju zaostalih naprezanja prikazan je na slici 2.3.



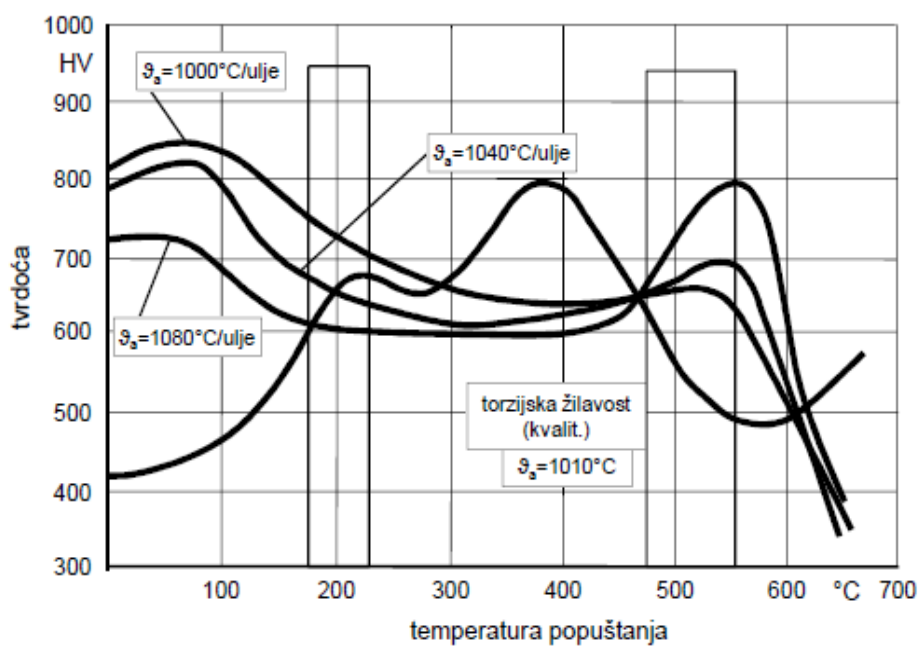
Slika 2.3. Žarenje za redukciju zaostalih naprezanja čelika s 12% Cr [1]

Kaljenje se sastoji od zagrijavanja na temperaturu austenitizacije, s obaveznim predgrijavanjem, koja je kod skupine visokougličnih čelika s 12% Cr optimalna u temperaturnom rasponu 960...1100 °C te gašenja koje mora biti nadkritično (određuje se prema TTT dijagramu koji je prikazan na slici 2.4.) kako bi se postigla martenzitna mikrostruktura. Zbog visokog iznosa vremena inkubacije, osim u ulju i u toplim solnim kupkama, postoji mogućnost kaljenja na zraku.



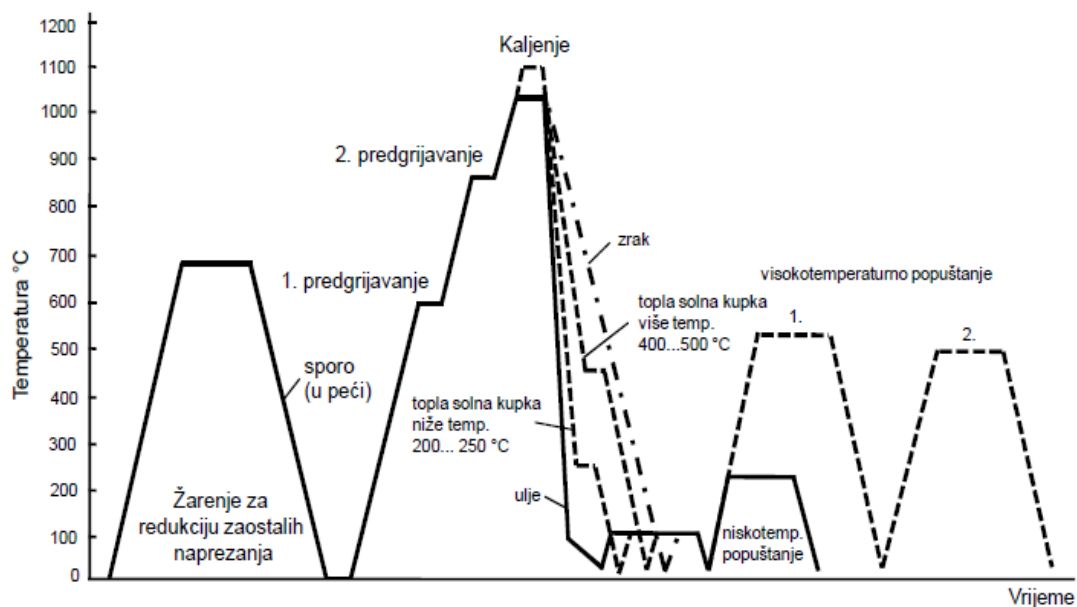
Slika 2.4. TTT dijagram alatnog čelika za hladni rad X155CrVMo12-1 [2]

Popuštanjem se snižava krhkost, zaostala naprezanja, udio zaostalog austenita, koji su prisutni u kaljenoj strukturi, te ovisno o traženim svojstvima, popuštanje se provodi na niskim ili visokim temperaturama, ali svakako nižim od temperature austenitizacije. Na slici 2.5. prikazan je utjecaj temperature popuštanja na tvrdoću i torzijsku žilavost za različite temperature austenitizacije.



Slika 2.5. Dijagram popuštanja čelika X155CrVMo12-1 za razne temperature austenitizacije [2]

Cjelokupni dijagram postupka toplinske obrade prikazan je na slici 2.6.



Slika 2.6. Toplinska obrada čelika s 12% Cr [2]

3. PREVLAČENJE POVRŠINA PACVD POSTUPAKOM

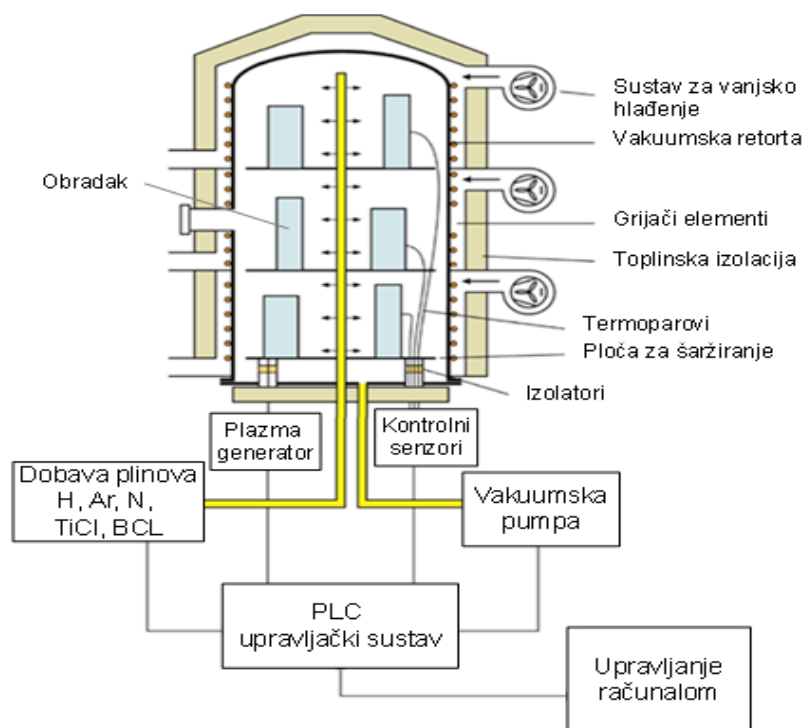
Primjena tvrdih prevlaka u industriji, započela je prije otprilike 30 godina s kemijskim prevlačenjem u parnoj fazi (CVD). Međutim, zbog visoke temperature procesa (800...1000 °C) i potrebe za naknadom toplinskom obradom nakon prevlačenja zbog promjena dimenzija obratka, postupak je poprilično zahtjevan za primjenu na alatnim čelicima. Razvojem postupka fizikalnog prevlačenja iz parne faze 80-ih godina prošlog stoljeća, gdje temperatura procesa ide do 500 °C, omogućeno je prevlačenje alatnih čelika na temperaturi ispod temperature na kojoj je provedeno popuštanje što omogućuje prevlačenje bez promjene dimenzija obratka. Osnovni nedostatak PVD postupka je niski radni tlak u procesu zbog kojeg je nužna rotacija obradaka kako bi se dobila homogena prevlaka. Plazmatski potpomognutim prevlačenjem iz parne faze (PACVD) nastoje se primijeniti prednosti oba gornje spomenuta postupka, a karakteristike postupka opisane su u poglavlju 3.1. [5].

3.1. Opis PACVD postupka

PACVD postupak koristi energiju elektrona (plazmu) kao aktivacijsku metodu kako bi se omogućilo prevlačenje na nižim temperaturama. Opskrbljivanjem plina električnom energijom dovoljno visokog napona pri smanjenim tlakovima (<1,3 kPa) rezultira razbijanjem plina i stvaranjem plazme koja se sastoji od elektrona, iona i električni pobuđenih vrsta. Plazma može biti aktivirana pulsirajućom istosmjernom strujom (DC), izmjeničnom strujom (AC), primjenom mikrovalne pobude (MW), izbojima radio frekvencije (RF) itd. Reaktanti pare su ionizirani i disocirani pod utjecajem elektrona te stoga stvaraju kemijski aktivne ione i radikale koji prolaze heterogenu kemijsku reakciju na ili u blizini grijane površine osnovnog materijala i nanose tanki film [6].

Slika 3.1. prikazuje shematski prikaz PACVD uređaja sa sastavnim dijelovima uređaja:

- vakuumska pumpa,
- vakuumska komora s grijačima,
- sustav za dobavu plinova,
- prekursor,
- generator plazme,
- sustav za neutralizaciju nusprodukata prevlačenja,
- PLC upravljački sustav.



Slika 3.1. Shematski prikaz PACVD uređaja [7]

Prednosti PACVD postupka [6]:

- prevlačenje na relativno niskim temperaturama (450...600 °C),
- mikrostruktura filma i prevlačenje mogu biti odvojeno kontrolirani,
- ionsko bombardiranje može biti zamijenjeno temperaturom prevlačenja kako bi se dobila potrebna gustoća filma,
- temperatura prevlačenja može se dodatno sniziti korištenjem metaloorganskih prekursora,
- dobivanje DLC (dijamantu sličan ugljik), nitridnih slojeva itd.

Nedostaci PACVD postupka:

- zahtjev za vakuumskim sustavom za dobivanje plazme,
- ovisnost svojstava prevlake o mješavini plina u reaktoru,
- korištenje plazme s ionima visoke energije koja prelazi 20 eV, može oštetiti krhku podlogu,
- na niskim frekvencijama pulziranja plazme postoji sklonost stvaranju nepoželjnih naprezanja u prevlaci.

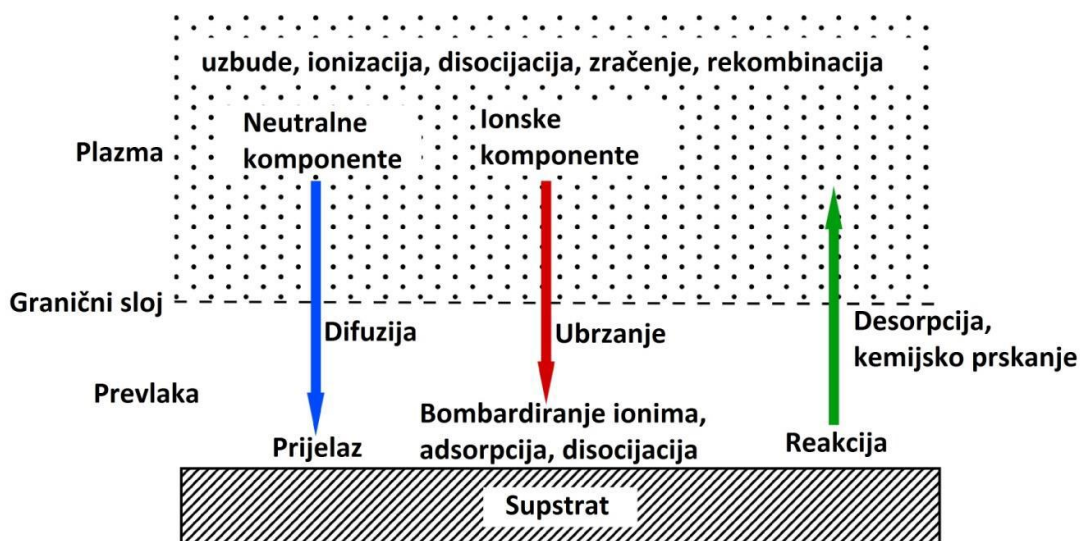
Na slici 3.2. prikazan je PACVD uređaj instaliran na Fakultetu strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, u sklopu projekta ARISE financiranog iz fondova EU, koji nudi mogućnost plazmatskog nitriranja i prevlačenja što dosad nije bilo moguće ostvariti u Republici Hrvatskoj i bližoj regiji.



Slika 3.2. PACVD uređaj tvrtke RÜBIG instaliran na Fakultetu strojarstva i brodogradnje [8]

Veoma je važno odabrati optimalne parametre procesa kako bismo dobili dobru adheziju, koheziju i istovremeno prihvatljivu brzinu rasta. Svojstva prevlake uvelike se razlikuju ovisno o tlaku, tako da je odabir optimalnog tlaka u procesu, kao i dobro poznavanje svojstava plazme, važno za dobivanje kvalitetnih prevlaka.

Adhezivnost prevlake na osnovni materijal predstavlja veoma bitnu stavku tijekom postupka prevlačenja, posebice kod visoko opterećenih alatnih čelika, koji bez dobre adhezivnosti prevlake na osnovnom materijalu ne bi izdržali sile kojima su izloženi tijekom eksploatacije. Ključ uspjeha dobre adhezivnosti u PACVD postupku jest temeljito čišćenje površine čelika. Čišćenje površine se ostvaruje kemijskim plazma čišćenjem u kombinaciji s fizičkim uklanjanjem kontaminirajućih elemenata koristeći otprašivanje teškim ionima [9].



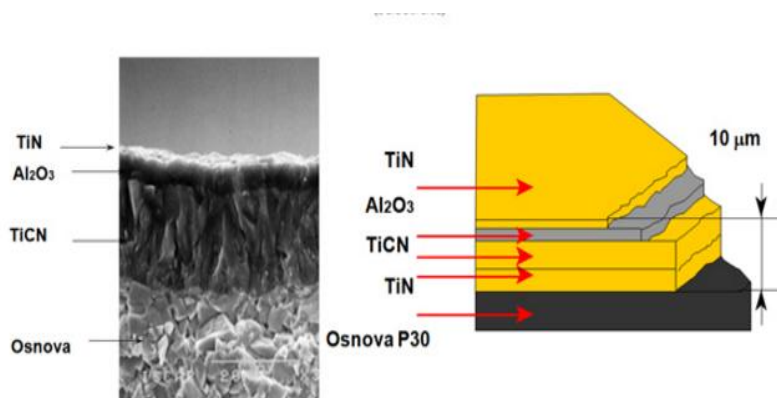
Slika 3.3. *Procesi na površini za vrijeme PACVD prevlačenja [10]*

Ono što je veoma bitno kod PACVD postupka, jest da ekonomske koristi mogu biti vrlo velike što se prvenstveno odnosi na uštede na osnovnom materijalu koji prevučen ima duži životni vijek, ali i manja su nenamjerna zaustavljanja proizvodnje zbog zamjene dijelova ili veće potrebe za održavanjem. PACVD postupak nije štetan za okoliš u usporedbi s drugim postupcima prevlačenja, što je u današnje vrijeme, kada je briga za okoliš veoma bitna, vrlo važna činjenica.

3.2. Tvrde prevlake

U današnje vrijeme sve se više primjenjuju homogene, višeslojne prevlake kako bi unaprijedile tribološka svojstva raznih dijelova kao što su alati za rezanje i oblikovanje te različiti dijelovi strojeva kao što su ležajevi, ventili, cilindri [11]. Osim što povećavaju otpornost na trošenje i produžuju vijek trajanja alata, tvrde prevlake također donose i još neke prednosti kao što su smanjenje trenja, povećanje korozijske postojanosti, poboljšavanje optičkih, toplinskih i električnih svojstava podloge itd. Prilikom konstruiranja višeslojnih prevlaka treba voditi računa o strukturnim i funkcionalnim komponentama. Prilikom funkcionalnog konstruiranja, kombiniraju se materijali s različitim svojstvima s obzirom na otpornost na trošenje, dok se kod

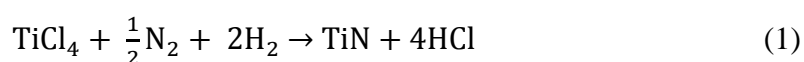
strukturnog konstruiranja prilagođavaju veličina i oblik zrna, količina prijelaznih površina te debljina pojedinih slojeva. U radu su alatni čelici za hladni rad prevučeni tvrdim višeslojnim prevlakama TiN/TiCN i TiN/TiBN.



Slika 3.4. Višeslojne prevlake [10]

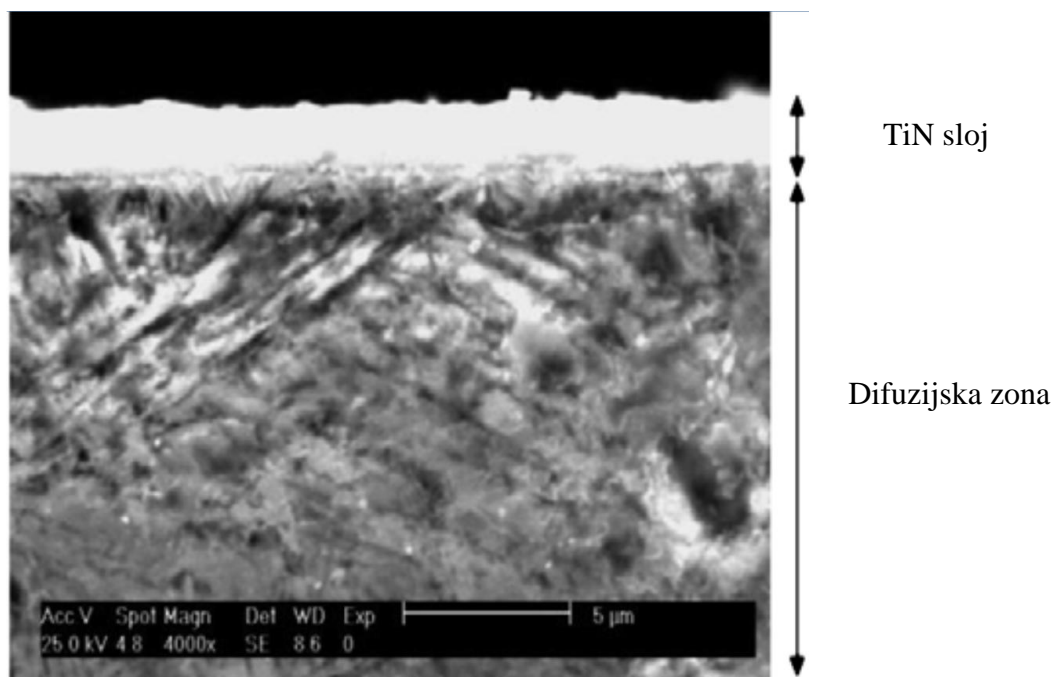
3.2.1. Prevlake TiN, TiCN, TiBN

Tvrde prevlake na bazi Ti uspješno su prevučene postupkom PACVD na alatne čelike pri temperaturama nižim od temperature popuštanja osnovnog materijala. Reakcija (1) prikazuje načelnu reakciju za prevlačenje TiN sustava. Za ovu reakciju, u prisutnosti plazme, temperatura je spuštena na 500 °C.



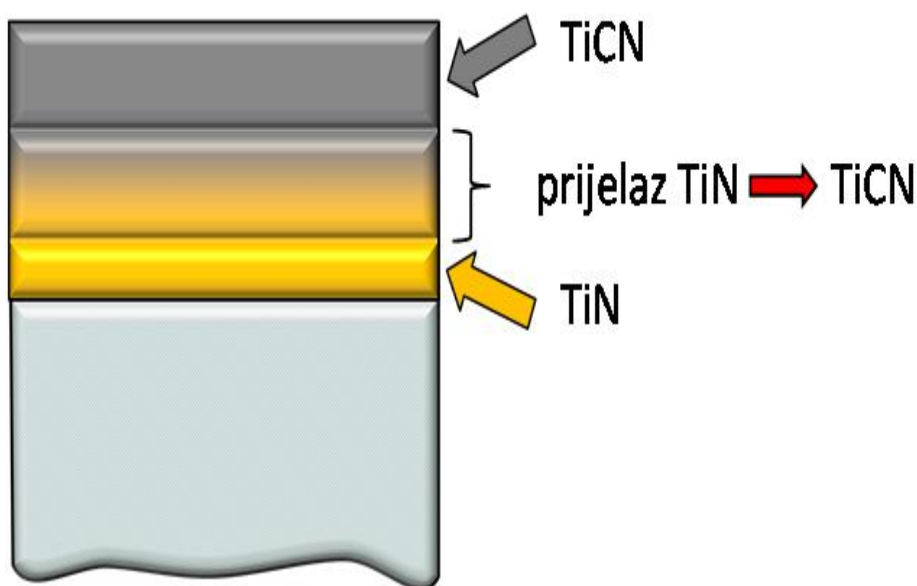
TiN ima plošno centriranu kubičnu kristalnu rešetku s parametrom rešetke $a_0=0,4242$ nm. Struktura i svojstva sloja TiN uvelike ovise o uvjetima prevlačenja. S porastom temperature prevlačenja, raste i hrapavost TiN površine, a suprotno od hrapavosti, istraživanja su ustvrdila da korozijska postojanost iste prevlake pada s porastom temperature prevlačenja [12]. Isto tako se brzina rasta TiN povećava približno linearno s porastom toka N₂. Samo za određeni N₂/H₂ omjer tokova plinova je boja TiN slojeva zlatna, dok s povećanjem ili smanjenjem toka plina N₂ boja TiN slojeva postaje sve izraženije smeđa. Istraživanja su pokazala da u većini slučajeva veća tlačna zaostala naprezanja u prevlaci i viši modul elastičnosti prevlake znači i veću lomnu žilavost

prevlake. Primjenom PACVD postupka moguće je ostvariti i niže vrijednosti koeficijenta trenja TiN sloja nego što se to ostvaruje PVD ili CVD postupcima i to zbog toga što kod PACVD postupka postoji određena količina klora u prevlakama dobivenih iz TiCl_4 , tako da PACVD postupak predstavlja veoma koristan alat za prilagodbu svojstava trenja i trošenja TiN sloja podešavanjem sadržaja Cl. Tvrdooća TiN sloja iznosi oko 2500 HV 0,01 [13]. Nitiranje kao postupak može se provesti u plinu, solnim kupkama i plazmi, a u ovom radu je korišteno upravo zadnje spomenuto, plazmatsko nitiranje. Tijekom formiranja difuzijske zone plazmatsko nitiranje omogućuje najveću tvrdoću površine za osnovni materijal, ali ne daje uvijek dobra svojstva nosivosti. Za visoko opterećene, prevučene tribološke kontakte, duktilnost i lomna žilavost osnovnog materijala pokazuju se kao važnije značajke od tvrdoće površine. TiN prevlaka ima primjenu u industriji već dugi niz godina i zahvaljujući svojoj dobroj korozivskoj postojanosti i otpornosti na trošenje primjenjuje se na reznim alatima, alatima za oblikovanje i dijelovima strojeva. TiN sloj služi kao potporni sloj TiCN, odnosno TiBN sloju u višeslojnom sustavu prevlaka, kako bi smanjila tlačna zaostala naprezanja između prevlake i podloge na samom njihovom spoju te kako bi se povećala prionjivost prevlake.



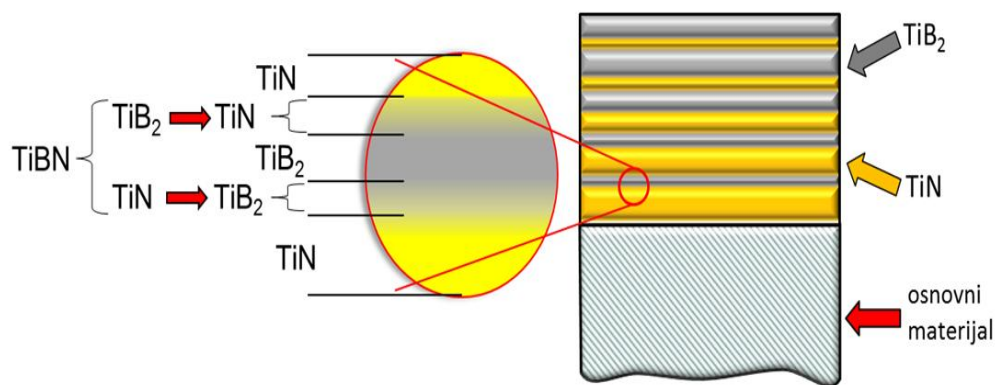
Slika 3.5. TiN sloj snimljen na SEM-u [12]

TiCN prevlaka je poznata po boljoj otpornosti prema oksidaciji i tvrdoci pri visokim temperaturama od TiC prevlake, a također i po puno boljoj mehaničkoj otpornosti i toplinskoj stabilnosti u odnosu na TiN prevlaku. Sive je boje te tvrdoće oko 3200 HV 0,01. Ono po čemu je stvarno prepoznatljiva je to da kada je umetnuta preko druge prevlake, kao što je TiN prevlaka, ima nizak faktor trenja u kontaktu s čelikom te visok koeficijent toplinske vodljivosti [14]. Svojstva TiCN prevlaka ovise o arhitekturi prevlake, koja se može promijeniti podešavanjem ravnoteže dušika i ugljika u sloju. Primarni mehanizam trošenja za prevlaku TiN/TiCN jest adhezijsko trošenje. TiN/TiCN prevlaka korištena u radu predstavlja gradijentnu prevlaku koja započinje slojem TiN koji poboljšava adhezivnost, a zatim dolazi do gradijentnog prijelaza iz TiN u TiCN te nanošenje čistog TiCN sloja (slika 3.6.). Takav gradijentni prijelaz omogućava bolju prionjivost među slojevima i smanjenje zaostalih naprezanja u prevlaci jer se izbjegava nagli prijelaz mehaničkih svojstava slojeva različitih karakteristika u prevlaci.



Slika 3.6. Shematski prikaz gradijentne TiCN prevlake [15]

TiBN tvrde prevlake imaju veoma dobra svojstva kao što su visoka tvrdoća, dobra stabilnost pri povišenim i visokim temperaturama, odlična otpornost prema koroziji [16]. Tvrdoća prevlake iznosi oko 4000 HV 0,05. TiBN prevlaka je kompozitna prevlaka koja se sastoji od TiN, TiB i TiB_2 kristala. Kombinacijom TiN slojeva koji imaju nizak koeficijent trenja i nanokompozitnih TiBN slojeva dolazi do porasta tvrdoće i zaostalih naprezanja, a dobivamo i nova strukturna i funkcionalna svojstva. Mogu se konstruirati višeslojne prevlake s povećanom otpornosti prema plastičnoj deformaciji gdje dolazi do povećanja lomne žilavosti u usporedbi s jednoslojnim TiN i TiBN prevlakama. Struktura gradijentne prevlake TiN/TiBN korištene u radu sastoji se od potpornog sloja TiN koji, kao i kod TiCN prevlake, ima ulogu poboljšavanja prionjivosti prevlake smanjenjem zaostalih naprezanja u prevlaci nakon kojeg slijedi naizmjenično TiB_2 i TiN sloj određeni broj puta, te na kraju ide TiB_2 sloj. Svakim sljedećim nanošenjem debljina TiN sloja se smanjuje, dok suprotno tome, svakim sljedećim nanošenjem, debljina TiB_2 sloja se povećava. Tako je na početku prevlačenja nanešen TiN sloj najveće debljine, a svaki sljedeći sloj je sve tanji, dok je kod TiB_2 prevlake na početku nanešena najmanja debljina sloja da bi završni sloj imao najveću debljinu (slika 3.7.).



Slika 3.7. Shematski prikaz višeslojne gradijentne TiBN prevlake [15]

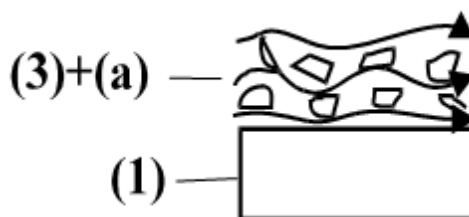
4. OTPORNOST NA EROZIJSKO TROŠENJE

Erozija se kao pojava može javiti u različitim oblicima. Iako je u pravilu neželjen i štetan oblik trošenja koji najveće probleme stvara u industriji za preradu nafte i u turbinama, erozija se može primijeniti i kao metoda za obradu (pjeskarenje). Erozija može biti uzrokovana strujanjem fluida (krute čestice, kapljice, plinovi) koji udara od površinu trošenog materijala. Poseban oblik erozije je kavitacijska erozija koja se javlja u cijevima i vodenim turbinama. U ovisnosti o parametrima ispitivanja i o vrsti materijala, prisutnost pojedinih osnovnih mehanizama trošenja će biti izraženija ili manje izražena. U ovom radu je ispitana otpornost materijala na eroziju česticama koja je pobliže opisana u daljnjem dijelu radu.

4.1. Erozija česticama

Erozija česticama je gubitak materijala s površine krutog tijela zbog relativnog strujanja fluida u kojem se nalaze krute čestice [17]. Karakterističan tribosustav je prikazan na slici 4.1. s osnovnim dijelovima:

- funkcionalni dio (1)
- fluid (3)
- čestica (a)

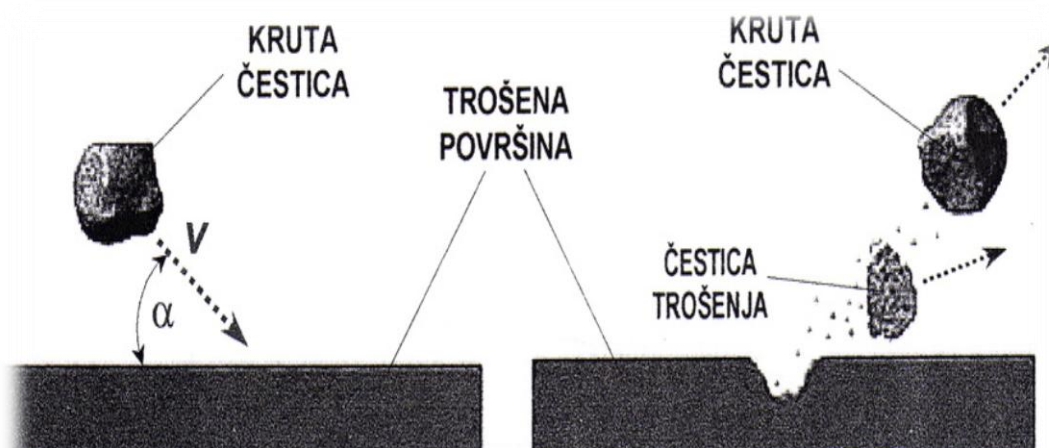


Slika 4.1. Shema tribosustava erozije česticama [17]

Najznačajniji mehanizmi koji se javljaju kod erozije česticama su abrazija i umor površine te se njihov učinak opisuje na razini jediničnog sudara čestice s trošenom površinom, prikazanog na slici 4.2.

Dvije faze jediničnog sudara:

- I. „Upad“ krute čestice određenom brzinom gibanja i pod određenim kutom, te njezin trenutni sudar s trošenom površinom materijala,
- II. Odbijanje krute čestice od trošene površine uz prateće razaranje površine otkidanjem djelića materijala u obliku čestice trošenja.

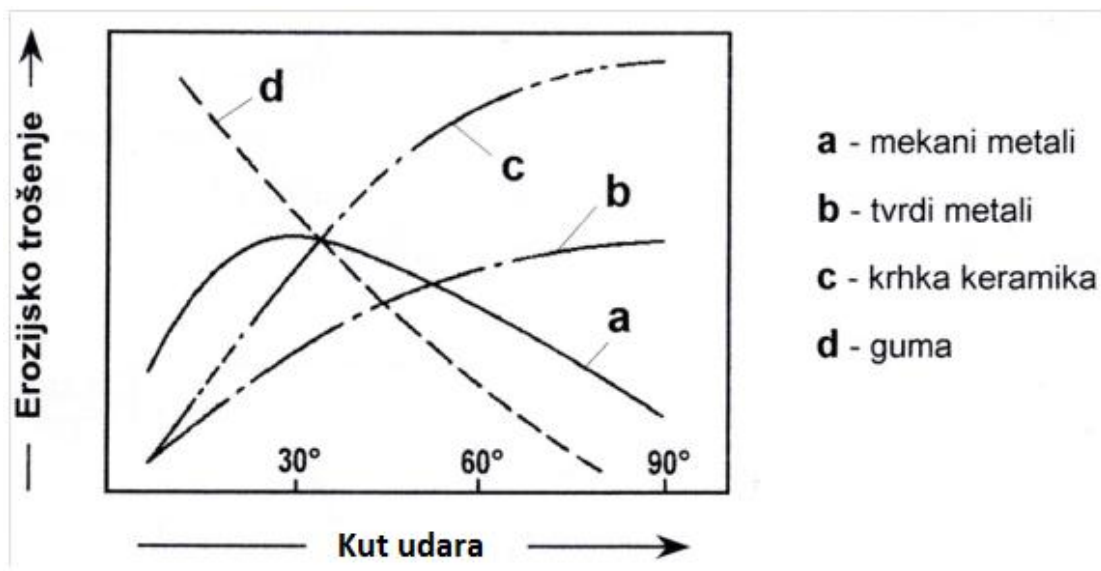


Slika 4.2. Jedinični sudar krute čestice s trošenom površinom [17]

Ovisno o kutu udara čestica od trošenu površinu, erozija može biti abrazivna (mali kut udara čestica od trošenu površinu) ili udarna (gotovo okomiti kut udara čestica od trošenu površinu), odnosno ovisno o kutu udara čestica i jedan i drugi mehanizam trošenja (abrazija i umor površine) mogu biti podjednako zastupljeni.

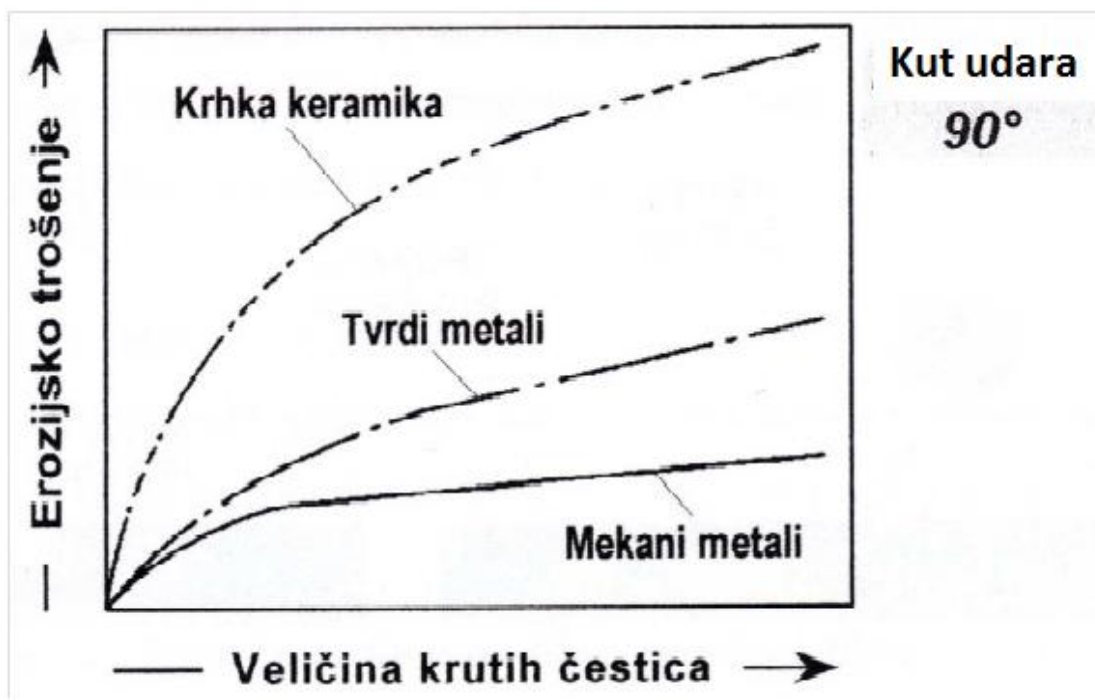
4.2. Utjecajne veličine

Već prije spomenuti kut udara α ima značajan utjecaj na brzinu trošenja erozijom i određen je vrstom materijala trošenog erozijom te se na slici 4.3. jasno vidi kako je brzina trošenja erozijom kod duktilnijih materijala kao što su guma ili mekani metal zastupljenija pri manjim kutovima ($15...30^\circ$), dok kod krhkih materijala kao što su tvrdi metal ili keramika, brzina trošenja erozijom je najzastupljenija pri normalnom kutu, odnosno oko 90° .



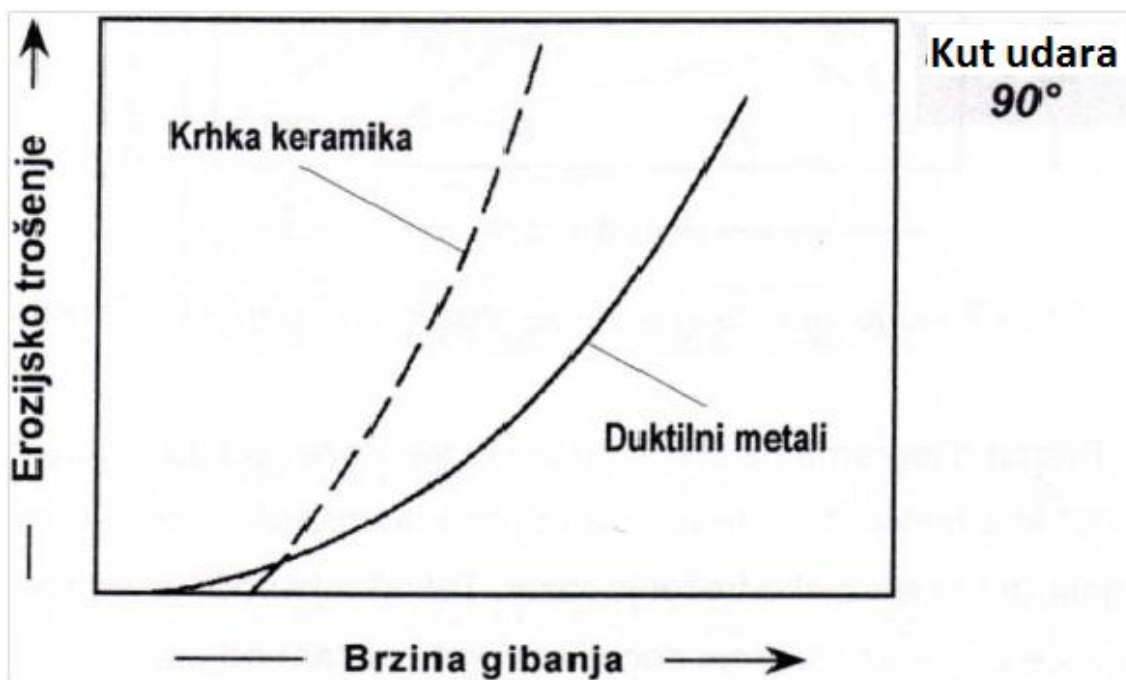
Slika 4.3. Utjecaj kuta udara na erozijsko trošenje krutim česticama [17]

Veličina erozijskih čestica također predstavlja veoma bitnu utjecajnu veličinu na brzinu trošenja erozijom. Slika 4.4. nam prikazuje kako s porastom veličine čestica raste i brzina erozijskog trošenja što se može objasniti većom udarnom energijom koja se prenosi na trošenu površinu u trenutku udara. Isto tako i oblik erozijskih čestica ima važnu ulogu jer, ovisno o tome je li čestica pravilnog ili nepravilnog oblika, erozijsko trošenje će biti drugačije. Ispitivanja su pokazala da će i kod duktilnih materijala pod normalnim kutem upada najveća brzina erozijskog trošenja biti ako su erozijske čestice nepravilnog oblika.



Slika 4.4. Utjecaj veličine krutih čestica na erozijsko trošenje [17]

Sljedeći bitan čimbenik je brzina gibanja krutih čestica koja određuje njihovu udarnu energiju. Isto tako učinak erozijskog trošenja značajno ovisi i o svojstvima trošene površine jer je za početak erozijskog trošenja tvrdih i krhkih materijala potreban niži minimum udarne energije nego kod duktilnih materijala. Kod duktilnih materijala može se očekivati porast erozijskog trošenja proporcionalno eksponentu porasta brzine gibanja čestica između 2 i 3, dok je kod tvrdih i krhkih materijala eksponent između 3 i 4, što je i prikazano na slici 4.5.



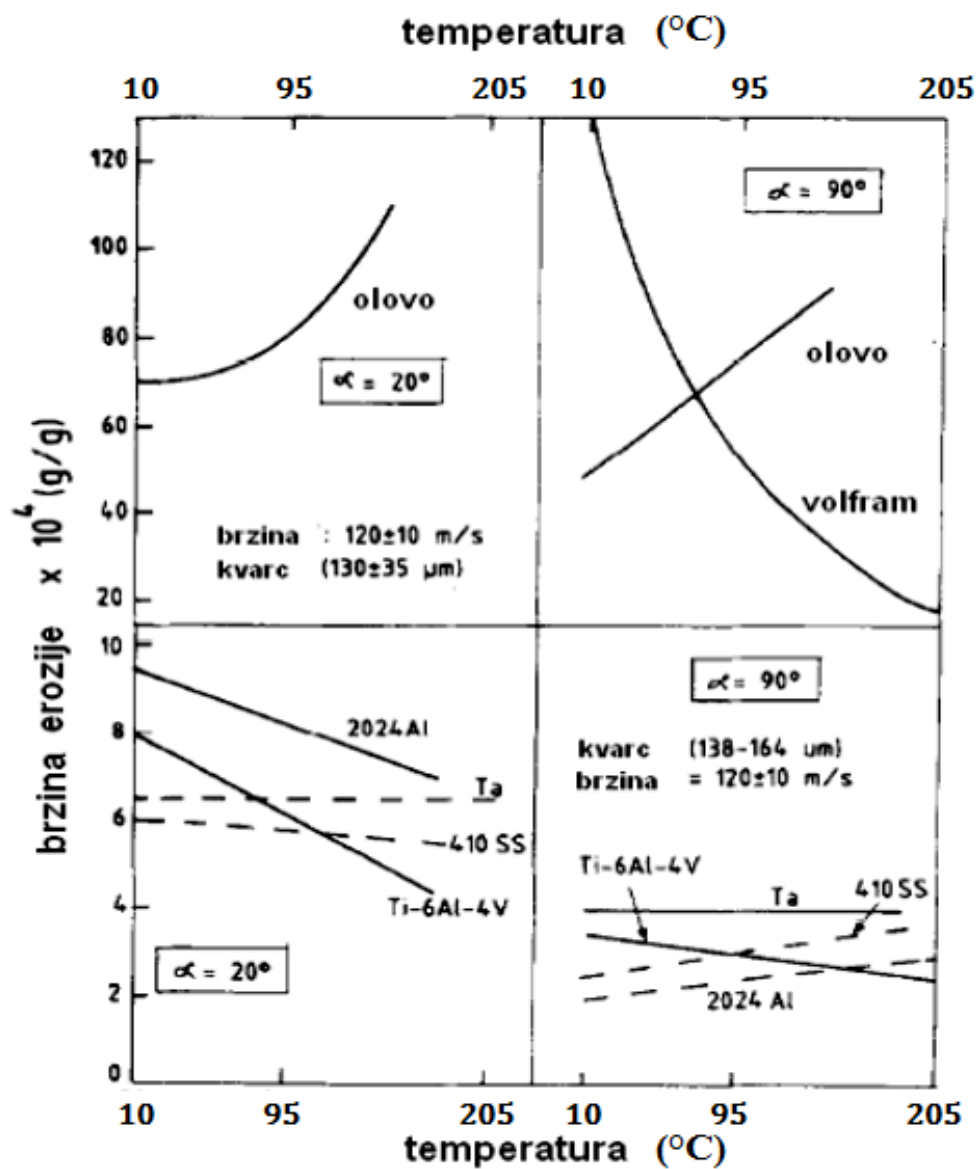
Slika 4.5. Utjecaj brzine gibanja na erozijsko trošenje krutim česticama pri kutu udara čestica 90° [17]

Pri eroziji česticama vrlo je bitna i temperatura okoline u kojoj se proces događa. Na slici 4.6. prikazana je ovisnost brzine erozije o temperaturi za neke materijale pri različitom kutu udara. Imamo tri karakteristična slučaja za različite grupe materijala u kojima dolazi do različitog ponašanja s obzirom na promjenu temperature okoline.

U prvom slučaju trošenje erozijom na početku pada s porastom temperature dok ne dođe do nekog minimuma, a zatim počinje rasti. Takvo ponašanje pokazuje primjerice volfram.

U drugom slučaju materijali pokazuju neosjetljivost na porast temperature, sve dok se ne dostigne kritična vrijednost temperature nakon koje, s daljnjim porastom temperature, dolazi do porasta brzine erozije. Takvo ponašanje je karakteristično primjerice za 1100 Al.

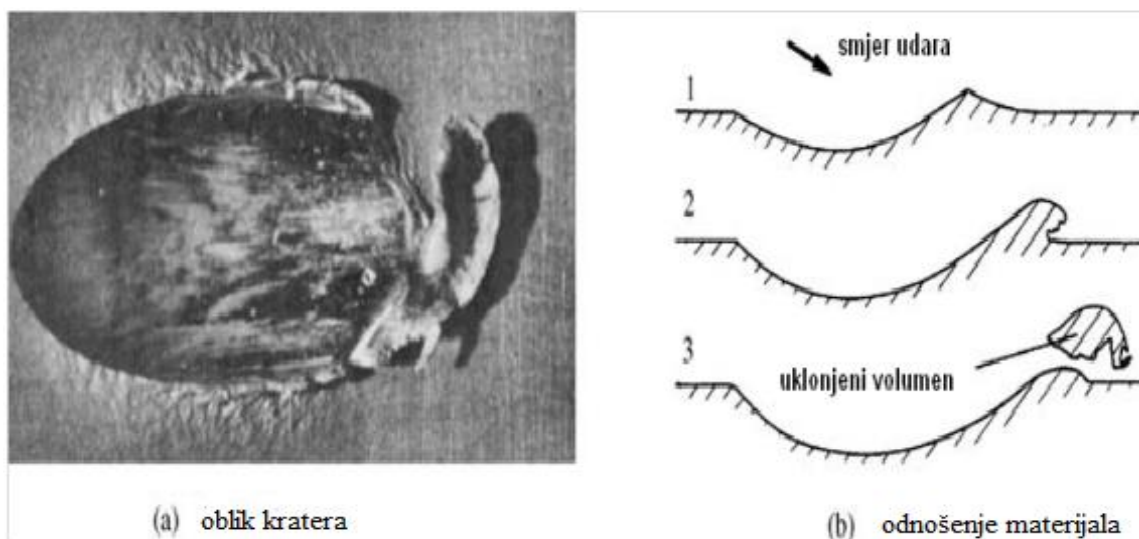
Treći slučaj karakterizira stalni (konstantni) porast brzine erozije s porastom temperature i takvo je ponašanje karakteristično za ugljične čelike i primjerice 12CrMoV čelike.



Slika 4.6. Ovisnost brzine erozije o temperaturi za neke materijale pri različitom kutu udara [17]

4.3. Model erozijskog trošenja

Na slici 4.7. je prikazana shema udara jedne čestice od površinu materijala. Pri udaru čestice trošenja od površinu, ona prodire u metal te ga deformira, istiskuje i ostavlja na površini metala brazde. Takvim učestalim udaranjem čestica dolazi do odnošenja materijala i smanjenja volumena. Istisnuti materijal se formira u oblik valova na rubovima kratera i brazdi te udaranje čestica u te valove ima važnu ulogu u procesu erozije, a osim udarnog djelovanja čestica, važnu ulogu ima i njihovo čisto abrazivno djelovanje.



Slika 4.7. (a) oblik kratera i (b) mehanizam odnošenja kod duktilnih materijala [17]

Model erozije s kutom upada čestica trošenja $\alpha=90^\circ$ iznijeli su Sheldon i Kanshere [18]. Njihov izvod se sastoji od energetske ravnoteže između kinetičke energije čestica i rada utrošenog pri zarezivanju čestice u površinu.

Rezultat je ovisnost:

$$V = D^3 v^3 \left(\frac{\rho}{HV} \right)^{3/2} \quad (2)$$

Gdje je:

- D – promjer čestica, [m]
- v - brzina čestice, [m/s]
- ρ - gustoća čestica, [kg/m³]
- HV – tvrdoća ispitana metodom Vickers

4.4. Ispitivanje otpornosti na eroziju

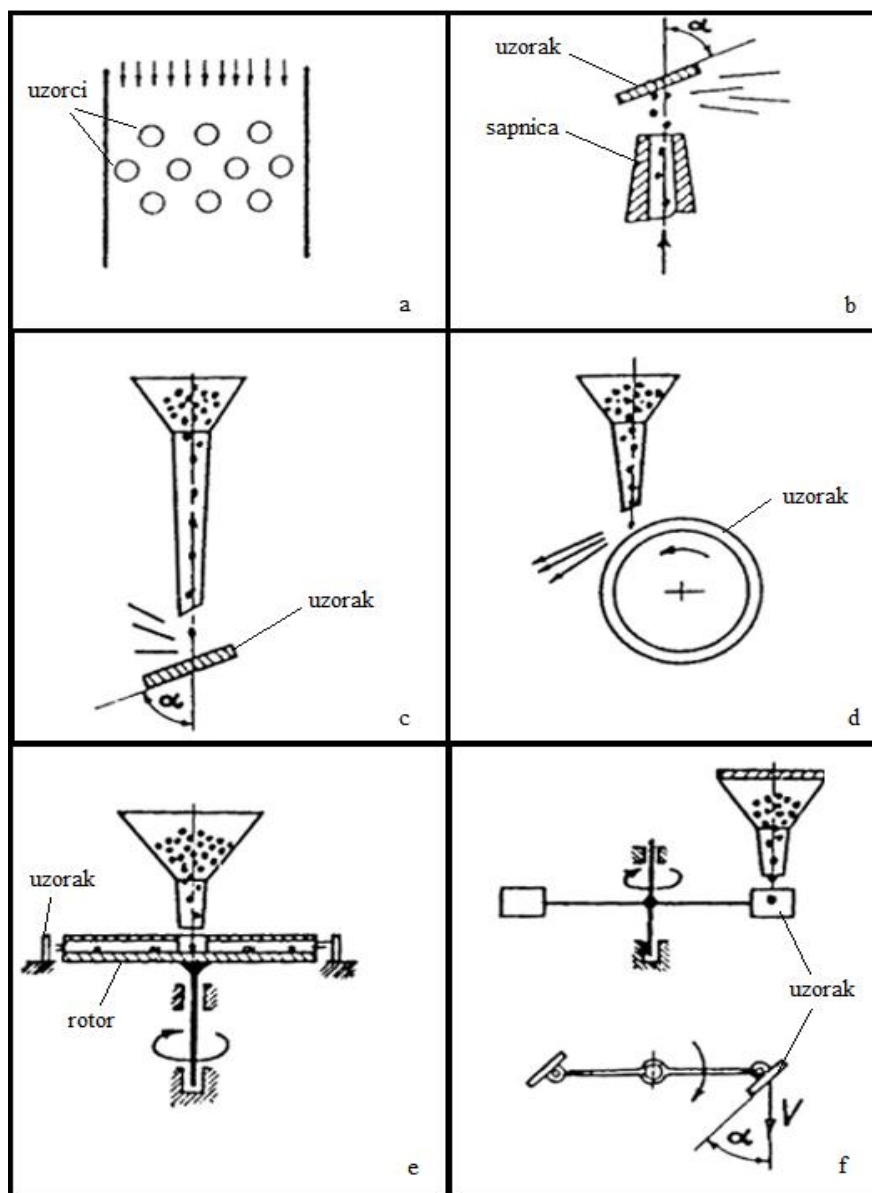
Istraživanjem problema erozije u mnogim zemljama, utvrđeno je da se pažnja mora usmjeriti na razvoj opreme za ispitivanje i na određivanje karakteristika ovog tipa trošenja. Postoji mnogo metoda i načina ispitivanja otpornosti na eroziju česticama. Na slici 4.7. prikazani su jedni od najraširenijih tipova laboratorijske opreme za ispitivanje.

Shema s cjevastim uzorcima (slika 4.8a.) simulira proces erozije strujanjem zraka s pepelom u kotlu. Čestice u osovini su ubrzavane primjenom plina. Ovakva konstrukcija je pogodna samo za istraživanje erozije u cijevima kotlova.

Jedna od najpoznatijih i najraširenijih oprema za ispitivanje otpornosti materijala na trošenje erozijom je prikazana na slici 4.8b. Omogućuje ispitivanje uzoraka jedan po jedan bombardirajući ih erozivnim česticama koje se nalaze u struji plina. Brzina čestica je izjednačena s brzinom struje plina zbog lakšeg određivanja njene brzine.

Konstrukcija prikazana na slici 4.8c. bazirana je na slobodnom padu čestica trošenja i omogućuje samo ograničenu udarnu brzinu čestice (oko 10 m/s) pa se zato prvenstveno koristi za ispitivanje erozije prevlaka.

Konstrukcija, prikazana na slici 4.8d. je sa stajališta kinematike jednostavna. Uzorci koji se ispituju, rotiraju oko horizontalne osovine. Ova oprema ima veliku manu što se tiče brzine čestica i kuta udara čestica koji su međusobno ovisni. Takva konstrukcija uređaja ne dopušta korištenje većih kutova udara.

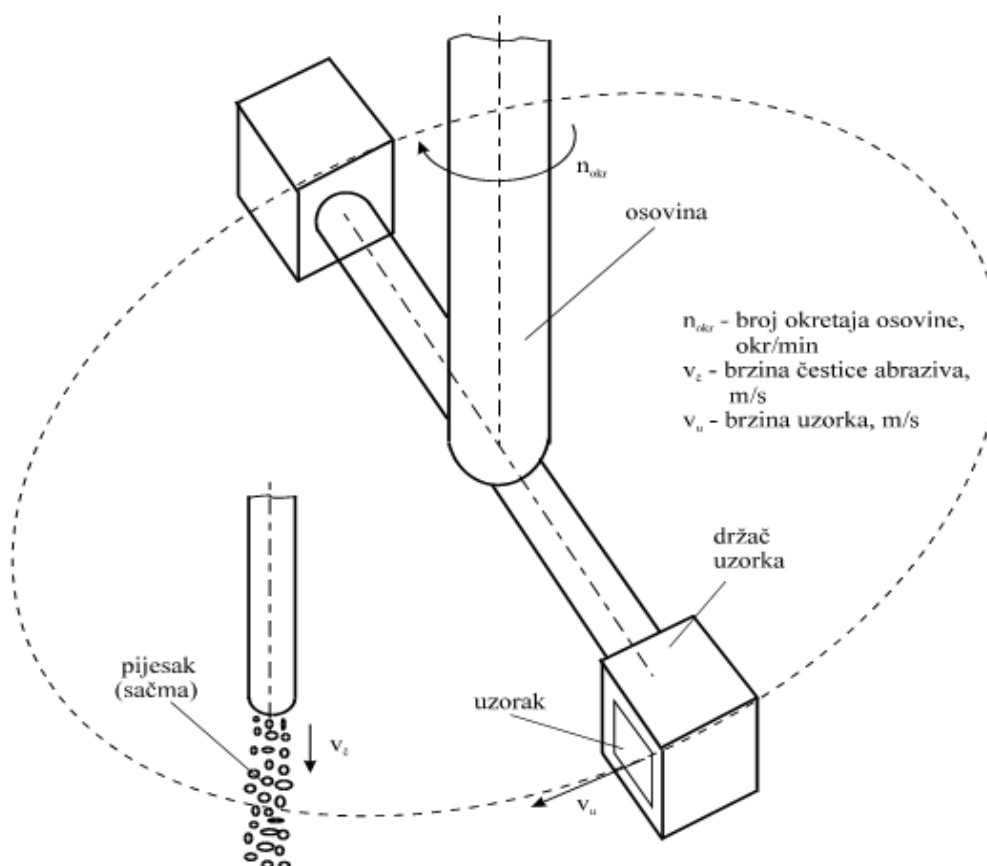


Slika 4.8. Sheme opreme za ispitivanje materijala erozijom [19]

Slika 4.8e. prikazuje konstrukciju centrifugalnog akceleratora gdje su čestice zasute kroz radijalne prolaze rotora nasuprot ispitnim uzorcima koji mogu biti pod bilo kojim kutem ispitivanja. Najveća prednost ovog uređaja je mogućnost istovremenog ispitivanja nekoliko uzoraka i standardno ispitivanje uzoraka u istim uvjetima. Na taj način omogućuje se dobivanje relativne otpornosti prema eroziji različitih materijala u kratkom vremenu.

4.4.1. Ispitivanje erozije suhim pijeskom

Kao što je u prethodnom poglavlju prikazano, vidljivo je da postoji mnogo metoda ispitivanja erozije česticama, a na slici 4.9. prikazana je shema uređaja za ispitivanje otpornosti na eroziju česticama koji je bio korišten u ovom završnom radu.



Slika 4.9. Shema ispitivanja otpornosti na eroziju česticama [17]

Postupak ispitivanja započinje stavljanjem ispitnih uzoraka u držače uzoraka koji se nalaze na osovini koja ima konstantan broj okretaja u minuti. Stavljanjem pijeska u spremnik čestice počinju padati pod djelovanjem sile gravitacije i izlaze iz sačme, prilikom čega dolazi do udarca čestica pijeska u ispitne uzorke. Vaganjem uzorka prije i poslije ispitivanja utvrđuje se gubitak mase koji se preračunava u gubitak volumena. Ova metoda ispitivanja se već dugi niz godina primjenjuje za ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje u Laboratoriju za tribologiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje.

EKSPERIMENTALNI DIO

5. PLAN I PROVEDBA ISPITIVANJA

5.1. Plan ispitivanja

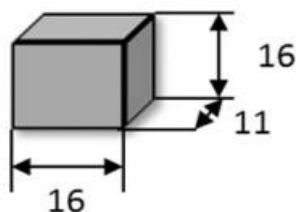
Ispitivanja su provedena na dva alatna čelika za hladni rad kemijskih sastava prikazanih u tablicama 2.1. i 2.2. sa sljedećim oznakama:

- **X155CrVMo12-1 (BÖHLER K110)** – uzorci oznake **D**
- **BÖHLER K390 MICROCLEAN** – uzorci oznake **C**

Čelik K110 (uzorci oznake „D“) je proizveden konvencionalnim postupkom, dok je čelik K390 MC (uzorci oznake „C“) proizveden postupkom metalurgije praha s veoma fino raspoređenim i homogenim karbidima u mikrostrukturi. Gornje navedeni alatni čelici za hladni rad, prethodno toplinski obrađeni odgovarajućim postupkom, služe kao podloga za prevlačenje tvrdih slojeva PACVD postupkom koji je proveden u Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Prevlake koje su nanese postupkom PACVD zajedno s osnovnim stanjem materijala bez prevlake, u radu su označeni brojevima:

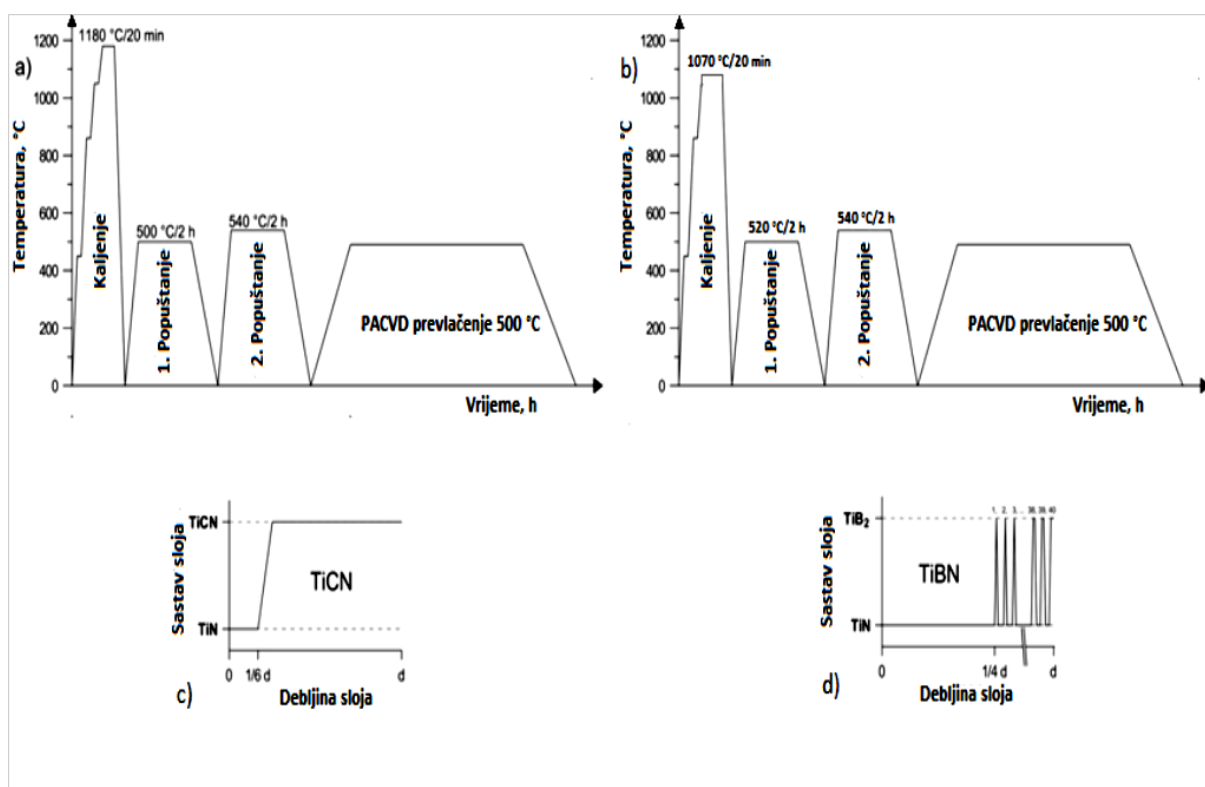
- **neprevučeni uzorci (kaljeni i popušteni) – 0**
- **TiN/TiCN prevlaka** na osnovnom uzorku – **2**
- **TiN/TiBN prevlaka** na osnovnom uzorku – **3**

Ispitni uzorci na kojima su se provodila ispitivanja otpornosti na erozijsko trošenje imaju oblik kvadra s dimenzijama prema slici 5.1.



Slika 5.1. Oblik i dimenzije ispitnih uzoraka za ispitivanje otpornosti na eroziju [20]

Prije prevlačenja ispitni uzorci su mehanički očišćeni finim brušenjem i poliranjem kako bi se dobila površinska hrapavost $R_a = 0.133 \pm 0.012 \mu\text{m}$. Cijeli postupak toplinske obrade oba alatna čelika za hladni rad prikazan je na slici 5.2.



Slika 5.2. Toplinska obrada ispitnih uzoraka izrađenih od K110 i K390 MC čelika za hladni rad: a) dijagram cjelokupnog postupka toplinske obrade K390 MC čelika, b) dijagram cjelokupnog postupka toplinske obrade K110 čelika, c) PACVD proces prevlačenja za nastanak duplex TiN/TiCN prevlake, d) PACVD proces prevlačenja za nastanak višeslojne TiN/TiBN prevlake [7]

Prije postupka plazmatskog nitriranja i PACVD prevlačenja površine ispitnih uzoraka su očišćene postupkom ionskog otprašivanja u vremenskom periodu od 2 sata. Kao što slika 5.2. prikazuje, oba čelika za hladni rad, prije PACVD prevlačenja, imaju provedenu odgovarajuću toplinsku obradu s dva predgrijavanja te nakon kaljenja dva popuštanja.

Postupak PACVD prevlačenja proveden je u industrijskoj vakuumskoj peći Rübig GmbH type PC 70/90c koja je opremljena mikropulsirajućim plazma generatorom (bipolarni istosmjerni) koji je upravlján naponom, a uz prevlačenje u ovom uređaju se može provesti i plazmatsko nitriranje.

Kako je na slici 5.2c. prikazano, nastanak prevlake kod uzoraka C2 i D2 započinje stvaranjem tankog TiN sloja koji služi kao potporni sloj TiCN prevlaci. Njezina debljina iznosi 1/6 ukupne debljine prevlake, a trajanje samog postupka je 1 h i 30 min. Postupnim smanjenjem udjela N₂ i uvođenjem CH₄ (trajanje 30 min) postiže se gradijentni prijelaz TiN u TiCN, a na kraju se nanosi čisti TiCN sloj (trajanje 6 sati).

Nastanak prevlake kod uzoraka C3 i D3, je prikazan na slici 5.2d. Kao i kod prethodno opisanog postupka nastanka TiCN prevlake i ovdje se prvo nanosi tanki TiN sloj, koji služi kao potporni sloj, čija debljina iznosi 1/4 ukupne debljine prevlake (trajanje 1 h i 30 min). Ova prevlaka je višeslojna i njena posebnost leži u samoj strukturi. Nakon nanošenja potpornog TiN sloja, slijedi naizmjenice slaganje 84 TiN i TiBN slojeva (trajanje 7 h i 15 min) sa završnim 84. TiBN slojem koji ima najveću debljinu u odnosu na prethodne slojeve TiBN.

Daljnijim provođenjem ispitivanja otpornosti na erozijsko trošenje nastoji se povezati utjecaj hrapavosti, debljine, adhezivnosti prevlake na rezultate ispitivanja erozijskog trošenja.

5.2. Provedba ispitivanja

Sama provedba ispitivanja erozijskog trošenja iziskuje dosta vremena i živaca, što zbog samih problema koji se mogu javiti u postupku ispitivanja kao zaustavljanje protoka pijeska, što zbog značajne količine pijeska koja se javlja u zraku. Sami postupak se zasniva na ispitivanju materijala kroz određeni vremenski period i mjerenju gubitka mase nakon ispitivanja. Cjelokupni postupak se može prikazati u nekoliko koraka:

1. Čišćenje uzoraka (ultrazvučna kupka),
2. Mjerenje početne mase (prije trošenja),
3. Stavljanje istovremeno dva uzorka u držače uzoraka za ispitivanje,
4. Trošenje uzoraka u definiranom vremenskom periodu,
5. Vađenje uzoraka i ponovno čišćenje,
6. Mjerenje gubitka mase,
7. Ponavljanje 3.-6. koraka dok se ne zadovolji traženi ciklus ispitivanja,
8. Računanje gubitka mase.

Svaki od navedenih koraka detaljnije je opisan u daljnjem tekstu rada. Čišćenje uzoraka se provodilo u ultrazvučnoj kupki (slika 5.3.). Postupak čišćenja se sastojao od stavljanja uzorka u čašicu u kojoj se nalazio alkohol, postavljanja čašice u ultrazvučnu kupku koja se prethodno napunila određenom količinom vode te namještanja postupka čišćenja na vremenski period od 90 sekundi. Nakon provedenog čišćenja uzorak se vadi iz čašice i suši na zraku. Nakon procesa čišćenja kojim se odstranjuju čestice pijeska s uzorka, uzorak je spreman za vaganje.



Slika 5.3. *Ultrazvučna kupka*

Vaganje uzoraka je provedeno u Laboratoriju za tribologiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje kao i ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje. Vaga na kojoj se mjerio gubitak mase uzoraka erozijskim trošenjem prikazana je na slici 5.4., a radi se o analitičkoj vagi s rezolucijom 10^{-4} g. Uzorak se nakon čišćenja ultrazvučnom kupkom stavio u komoru vage. Nakon vaganja slijedi ispitivanje trošenja erozijom, koje je, kao što je malo prije spomenuto, također provedeno u Laboratoriju za tribologiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje.

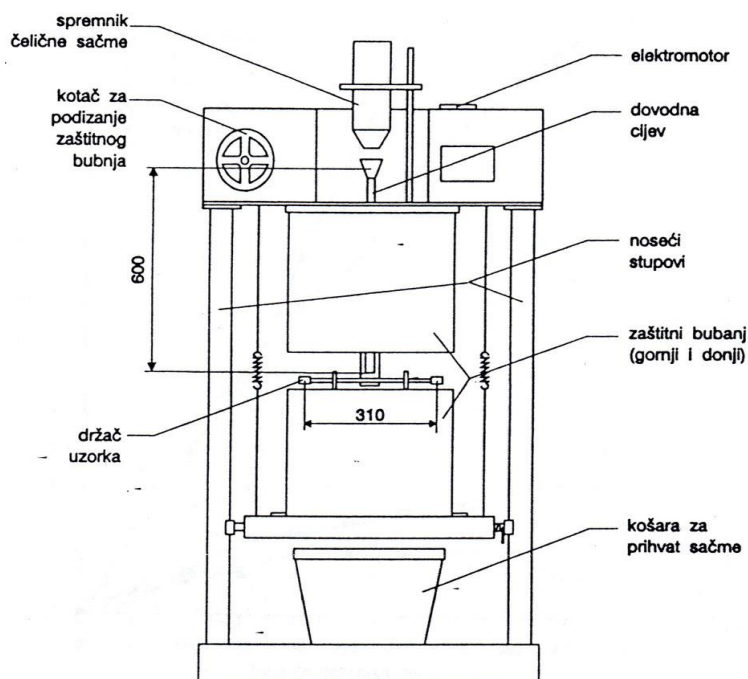


Slika 5.4. *Vaga „Mettler“ Zurich*

Uređaj na kojem je provedeno ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje prikazan je na slici 5.5a. Ovaj uređaj služi za ispitivanje erozijskog trošenja suhim pijeskom. Pojedini dijelovi uređaja prikazani su na slici 5.5b.



a)



b)

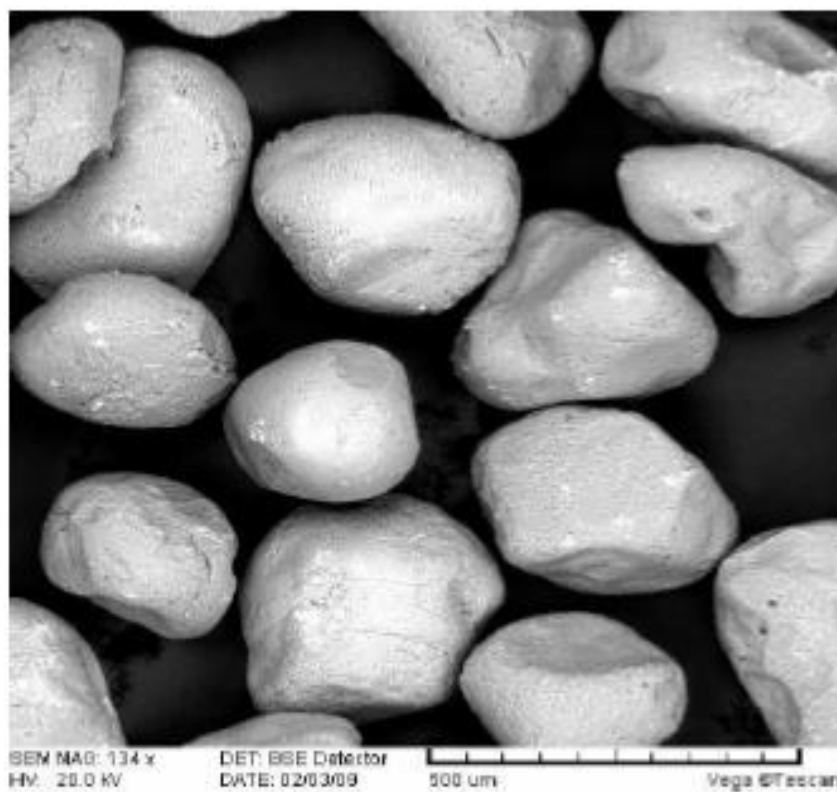
Slika 5.5. Uređaj za ispitivanje otpornosti na eroziju: a) izgled uređaja, b) shematski prikaz [20]

Uzorci se postavljaju u držače uzoraka te se podiže zaštitni bubanj. Tijekom ispitivanja primjenjivao se kvarcni pijesak oznake KEMA B35 veličine 0,063 – 0,355 mm kao erodent. Puštanjem pijeska kroz cijev i uključivanjem uređaja započinje proces trošenja uzoraka erozijom. Parametri u procesu su sljedeći:

- Brzina okretanja: 1440 okr/min,
- Brzina vrtnje uzorka: 24,265 m/s,
- Trajanje ispitivanja: 60 min (interval 30 min),
- Protok čestica abraziva: 3,0 g/s,
- Kut udara uzorka u mlaz abraziva: 90°.

Kako je pri kutu udara čestica od površinu uzorka od 90°, prevladavajući mehanizam trošenja umor površine, ovim ispitivanjem dat će se uvid u elastična svojstva prevlaka i potpornog sloja te u otpornost prema umoru površine. Svaki uzorak se ispitivao ukupno 2 h jer se, radi bolje pouzdanosti dobivenih rezultata, ispitivanje provelo na dvije strane površine uzorka. Tijekom ispitivanja najviše pozornosti je trebalo skrenuti na pijesak, kojeg je uvijek trebalo biti u spremniku kako bi se postupak ispitivanja mogao uspješno provesti. Najviše poteškoća tijekom ispitivanja je izazivala prašina koja se stvarala, a zbog koje je uvijek bilo potrebno nositi zaštitnu masku kako ne bi došlo do udisanja veće količine tog štetnog produkta ispitivanja. Uzorci su se nakon završenog intervala ispitivanja od 30 min prema opisanom postupku čistili i vagali te opet postavljali u držače uzoraka kako bi se ispitali u još jednom intervalu trošenja. Jedan ciklus trošenja, čišćenja i vaganja traje 40...45 min.

Korišteni erodent, kvarcni pijesak oznake KEMA B35, zbog male količine koja se uspjela nabaviti, a velikog broja prethodnih ispitivanja, primjenjivao se više puta tijekom procesa ispitivanja trošenja i obavezno se nakon korištenja zatvarao u posebnu posudu kako se ne bi nakupila vlaga na njega što bi u postupku ispitivanja izazvalo zastoj protoka pijeska u mlaznici. Na slici 5.6. prikazan je zaobljeni kvarcni pijesak koji se uobičajeno koristi tijekom ispitivanja.



Slika 5.6. Kvarcni pijesak B35, zrnatosti 0,063 – 0,355 mm [21]

6. REZULTATI ISPITIVANJA

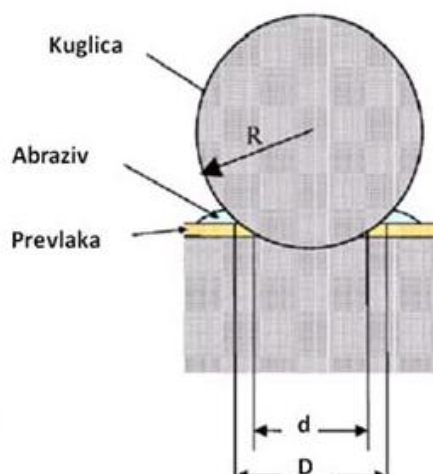
U daljnjem tekstu rada prikazani su te komentirani rezultati ispitivanja debljine prevlaka kao i adhezivnosti prevlaka i hrapavosti, ispitivanje otpornosti na erozijsko trošenje nakon kojeg su površine uzoraka snimljene na skenirajućem elektronskom mikroskopu te svjetlosnom mikroskopu.

6.1. Ispitivanje debljine prevlaka

U ovom radu je određena debljina ukupne prevlake (potporni sloj i prevlaka) metodom utiskivanja kuglice ili kalotestom prema normi ISO EN 1071. Na slici 6.1a. je prikazan uređaj na kojem se provelo ispitivanje debljine prevlake, a na slici 6.2b. je prikazan shematski prikaz ispitivanja s vrijednostima koje su primijenjene za dobivanje debljine prevlake.



a)



b)

Slika 6.1. Mjerenje debljine prevlake: a) uređaj za mjerenje debljine prevlake, b) shematski prikaz ispitivanja [22]

Ispitivanje se provelo u nekoliko koraka:

- postavljanje uzorka u čeljust uređaja i pričvršćivanje,
- postavljanje kuglice od kaljenog čelika između osovine i uzorka,
- podešavanje kuta i udaljenosti između kuglice i osovine kako bi se kuglica mogla nesmetano rotirati bez proklizavanja,
- ručno podešavanje parametara i pokretanje uređaja,
- dodatak nekoliko kapi dijamantne paste (abraziv),
- ručno zadani interval završava i uzorak se skida s uređaja,
- mjerenje otiska optičkom mjernom opremom.

Parametri ispitivanja su:

- brzina vrtnje – 300 okr/min,
- vrijeme trajanja postupka – 50 s,
- promjer kuglice – 25 mm.

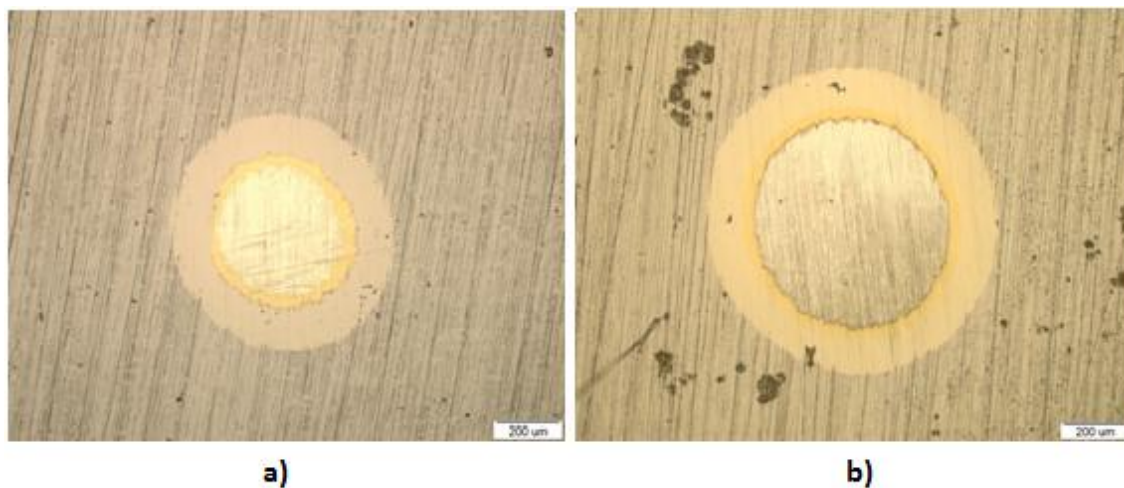
Nakon mjerenja otiska na svjetlosnom mikroskopu, debljina prevlake se računa prema sljedećem izrazu:

$$E = \frac{D^2 - d^2}{8R} \quad (3)$$

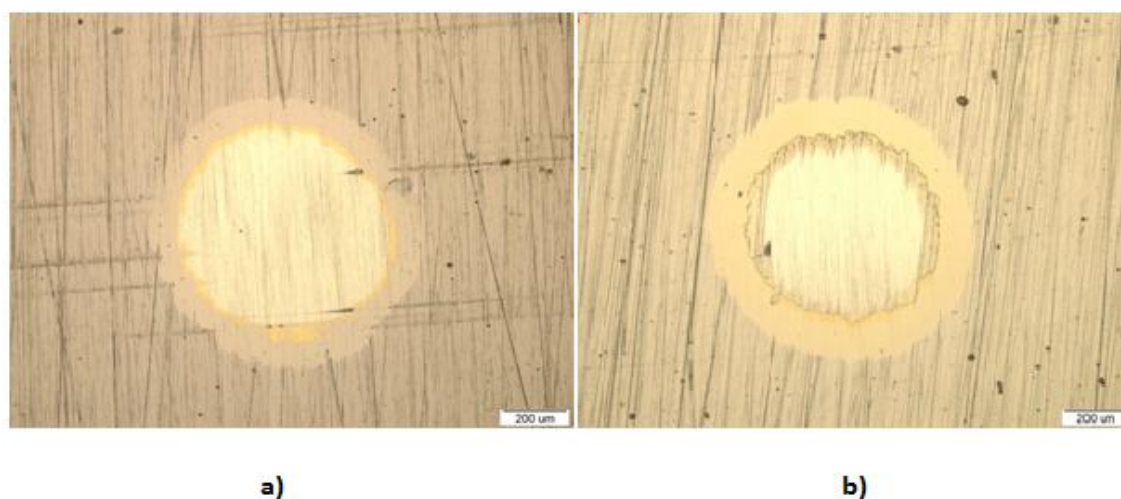
Gdje je:

- E – debljina prevlake,
- D – vanjski promjer otiska,
- d – unutarnji promjer otiska,
- R – polumjer kuglice

Utiskivanjem kuglice od kaljenog čelika na uzorku ostaje trag koji je prikazan na slikama 6.2. i 6.3. za svaku skupinu uzorka s prevlakom (D2, D3, C2, C3) i snimljen na svjetlosnom mikroskopu u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje.



Slika 6.2. *Trag trošenja na čeliku K110 snimljen na svjetlosnom mikroskopu nakon ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice: a) na uzorcima D2 s TiN/TiCN prevlakom, b) na uzorcima D3 s TiN/TiBN prevlakom*



Slika 6.3. *Trag trošenja na čeliku K390 MC snimljen na svjetlosnom mikroskopu nakon ispitivanja debljine prevlake metodom utiskivanja kuglice: a) na uzorcima C2 s TiN/TiCN prevlakom, b) na uzorcima C3 s TiN/TiBN prevlakom*

Kod svih uzoraka s tragom trošenja vidljiv je TiN potporni sloj koji ima karakterističnu zlatno žutu boju.

Debljina prevlaka, određena prema izrazu (3), prikazana je u tablicama 6.1. i 6.2.

Tablica 6.1. Debljina prevlaka TiN/TiCN i TiN/TiBN na čeliku K110

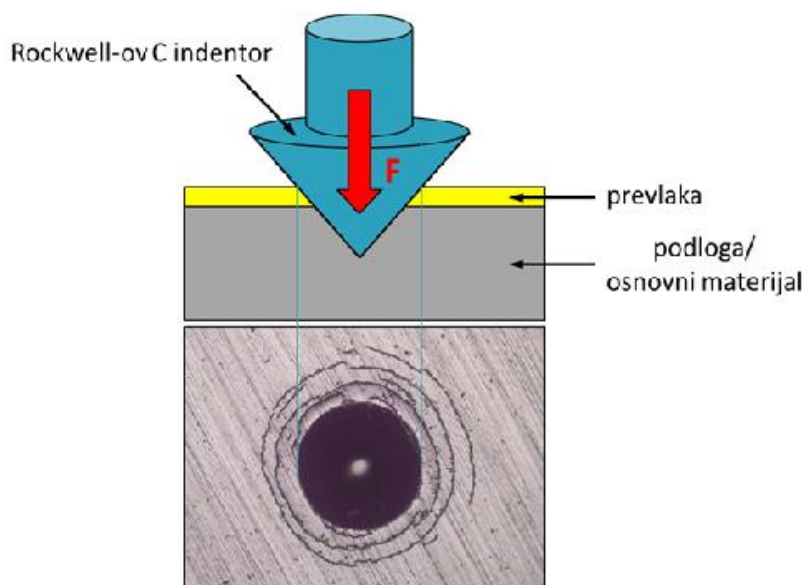
Broj mjerjenja	Uzorak D2	Uzorak D3
	TiN/TiCN prevlaka	TiN/TiBN prevlaka
1.	4,83	5,01
2.	3,74	4,58
Srednja debljina sloja [μm]	4,28	4,79

Tablica 6.2. Debljina prevlaka TiN/TiCN i TiN/TiBN na čeliku K390

Broj mjerjenja	Uzorak C2	Uzorak C3
	TiN/TiCN prevlaka	TiN/TiBN prevlaka
1.	3,95	4,58
2.	2,99	3,17
Srednja debljina sloja [μm]	3,47	3,88

6.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlaka

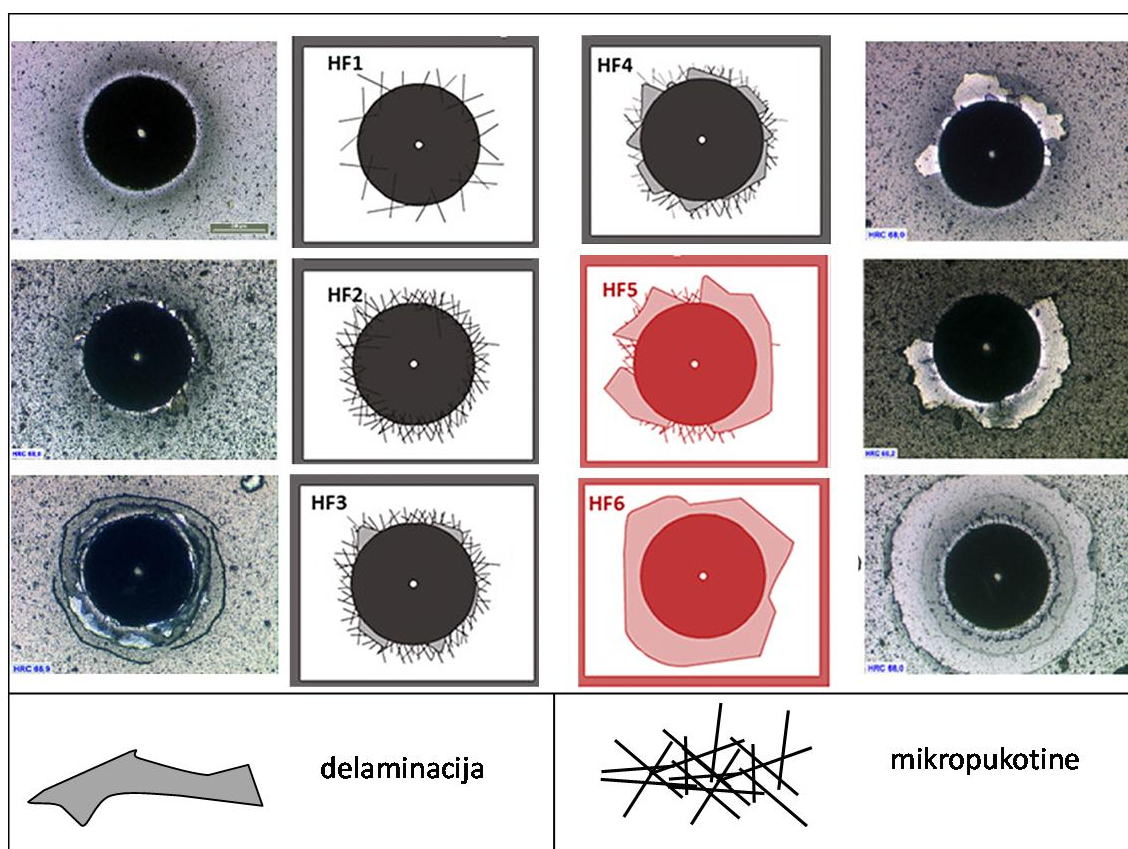
Ispitivanje adhezivnosti prevlaka provedeno je Rockwellovom metodom utiskivanja indentora prema VDI 3198. Ta metoda je brza, pouzdana i isplativa, a mora se napomenuti da je i destruktivna. Postupak ispitivanja se sastoji od postavljanja uzorka ispod penetratora i penetriranja koničnog dijamantnog penetratora u površinu prevučenog uzorka (slika 6.4.), čime se unosi velika plastična deformacija u uzorak i dolazi do pucanja prevlake. Geometrija kontakta u kombinaciji s intenzivnim prijenosom opterećenja izaziva velika smična naprezanja na mjestu dodira. Prevlake s dobrom adhezivnošću mogu izdržati izazvana smična naprezanja i spriječiti daljnju delaminaciju obodno prema otisku.



Slika 6.4. Shematski prikaz mjerenja adhezivnosti prevlake HRC metodom [15]

Ocjena adhezivnosti pojedinih prevlaka može se prikazati pomoću 6 razreda (slika 6.5.), a klasifikacija se provodi prema izgledu oštećenja oko ruba otiska:

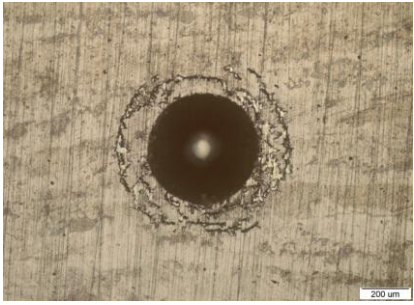
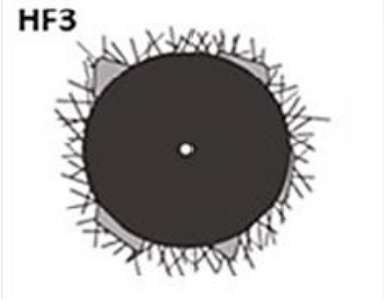
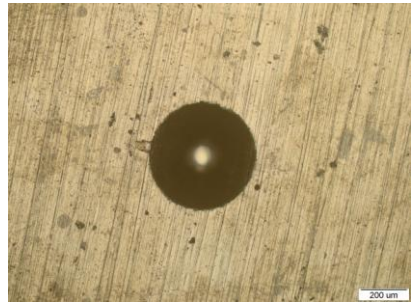
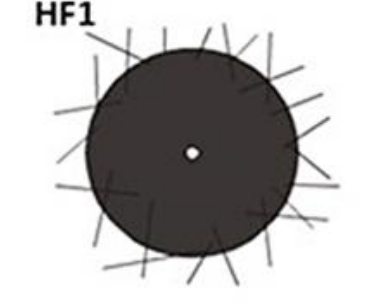
- **HF1** – pojava mikropukotina u malom broju (odlična adhezivnost),
- **HF2** – veći broj mikropukotina, bez delaminacije (vrlo dobra adhezivnost),
- **HF3** – prisutnost delaminacije u manjoj mjeri uz istovremenu prisutnost mikropukotina (dobra adhezivnost),
- **HF4** – prisutnost djelomične delaminacije uz istovremenu prisutnost mikropukotina (dovoljna adhezivnost),
- **HF5** – prisutnost delaminacije koja prevladava uz istovremenu prisutnost mikropukotina (nedovoljna adhezivnost),
- **HF6** – potpuna delaminacija prevlake (nedovoljna adhezivnost).



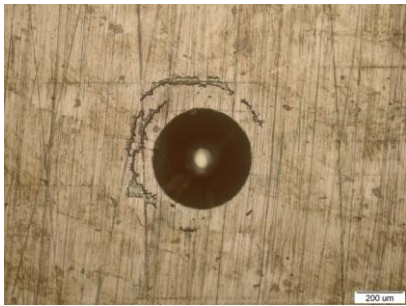
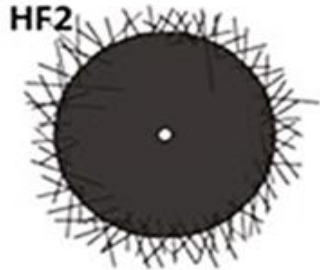
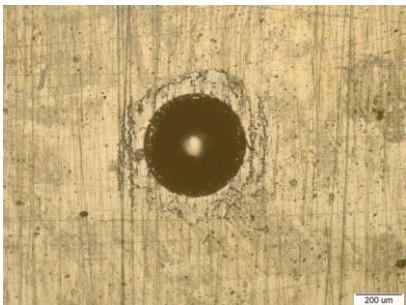
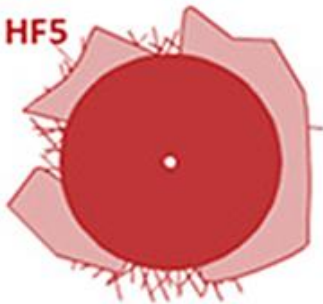
Slika 6.5. Šest razreda klasifikacije mjerenja adhezivnosti prevlake metodom HRC [15]

Adhezivnost prevlake je ispitana na sva četiri prevučena uzorka (D2, D3, C2, C3) s po 6 otisaka na svakom uzorku, pri čemu su 3 otiska na jednoj, a preostala 3 na drugoj površini svakog pojedinog uzorka. Samo ispitivanje Rockwell C metodom provedeno je u Laboratoriju za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje, dok su se nakon utiskivanja penetratora, površine snimile na svjetlosnom mikroskopu u Laboratoriju za materijalografiju Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Reprezentativni primjerci snimljenih površina s pripadajućim ocjenama kvalitete adhezivnosti prevlake prikazani su u tablicama 6.3. i 6.4.

Tablica 6.3. *Tragovi otisaka HRC ispitivanja na površini uzoraka D2 s TiN/TiCN prevlakom i D3 s TiN/TiBN prevlakom od K110 alatnog čelika*

Oznaka čelika	Vrsta prevlake	Snimljene površine	Ocjena kvalitete
K110 (D)	TiN/TiCN (uzorak D2)		
	TiN/TiBN (uzorak D3)		

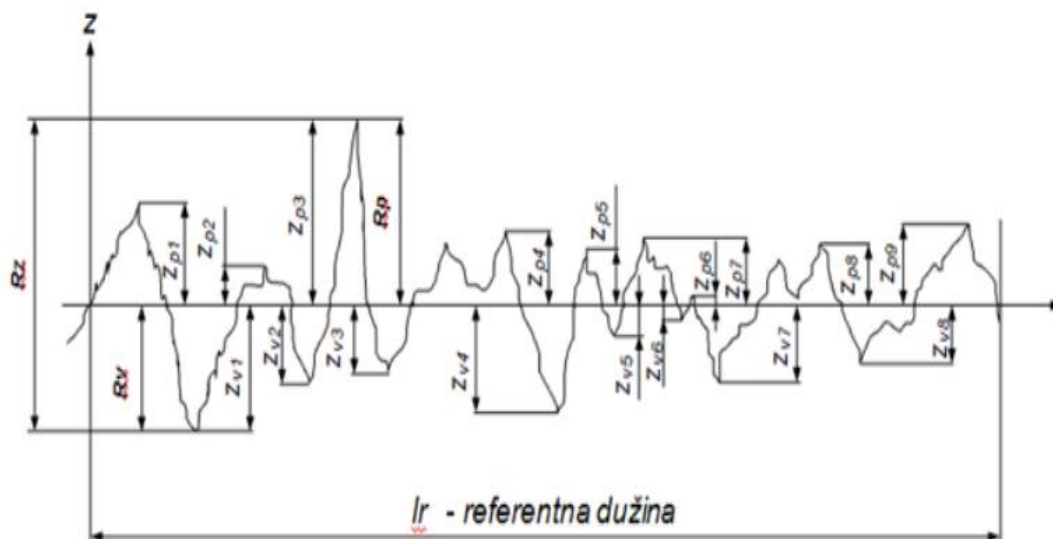
Tablica 6.4. Tragovi otisaka HRC ispitivanja na površini uzoraka C2 s TiN/TiCN prevlakom i C3 s TiN/TiBN prevlakom od K390 alatnog čelika

Oznaka čelika	Vrsta prevlake	Snimljene površine	Ocjena kvalitete
K390 (C)	TiN/TiCN (uzorak C2)		
	TiN/TiBN (uzorak C3)		

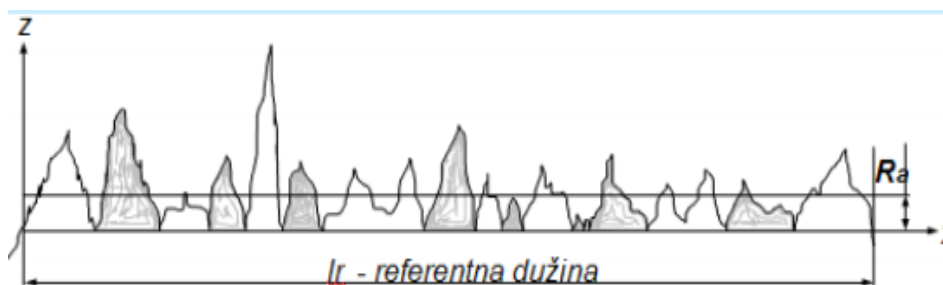
Rezultati prikazani u tablicama 6.3. i 6.4. pokazuju bolju adhezivnost TiN/TiBN prevlake u odnosu na TiN/TiCN kod čelika K110, dok kod čelika K390 MC, bolju adhezivnost pokazuje TiN/TiCN prevlaka u odnosu na TiN/TiBN. Kod uzoraka D2 vidimo malu količinu delaminacije uz prisutnost većeg broja mikropukotina, što daje prolaznu ocjenu u pogledu adhezivnosti (ocjena dobar). Najbolju adhezivnost pokazuju rezultati ispitivanja D3 uzoraka gdje je prisutnost mikropukotina u jako maloj mjeri, što daje najvišu ocjenu prevlake u pogledu adhezivnosti (ocjena odličan). Vrlo dobru adhezivnost pokazali su rezultati ispitivanja C2 uzoraka gdje imamo veći broj mikropukotina, ali nemamo pojavu delaminacije. Ocjenu nedovoljan, s jako lošom adhezivnošću, pokazali su rezultati ispitivanja C3 uzoraka, gdje je prisutnost delaminacije u velikoj mjeri oko ruba otiska uz mikropukotine koje su također prisutne u jako velikoj mjeri.

6.3. Ispitivanje hrapavosti površine

Površine uzorka su prije postupka prevlačenja mehanički obrađene finim brušenjem i poliranjem kako bi se dobila hrapavost s parametrom $R_a = 0.133 \pm 0.012 \mu\text{m}$. Plazmatskim nitriranjem, kao i postupkom ionskog čišćenja površine otprašivanjem, moguće je pogrubiti površinu uzorka. Ispitivanje hrapavosti površina provedeno je na uređajima *Perthometer S85*, *Feinprüf Perthen GmbH* za uzorke oznake D i *Surface Roughness Tester TR 200/210/220* za uzorke oznake C. Ispitivanje je provedeno u Nacionalnom laboratoriju za duljinu Republike Hrvatske Fakulteta strojarstva i brodogradnje. Na slici 6.6. prikazani su osnovni amplitudni parametri hrapavosti.



a)



b)

Slika 6.6. Osnovni amplitudni parametri hrapavosti: a) najveća visina vrha profila (R_p), najveća dubina dola profila (R_v), najveća visina profila (R_z), b) srednje aritmetičko odstupanje (R_a) [23]

Parametri hrapavosti koje smo dobili ispitivanjem su:

- R_a – srednje aritmetičko odstupanje profila,
- R_z – najveća visina profila hrapavosti.

Uvjeti mjerenja:

- Gaussov filter, $\lambda_c = 0,8$ mm
- Referentna dužina, $l_r = 4,0$ mm

Rezultati ispitivanja parametara hrapavosti R_a i R_z dani su u tablicama 6.5. i 6.6.

Tablica 6.5. Srednje vrijednosti parametara hrapavosti \bar{R}_a i \bar{R}_z na uzorcima skupine D izmjerene na uređaju Perthometer S85 [24]

Uzorak	$\bar{R}_a, [\mu\text{m}]$	$\bar{R}_z, [\mu\text{m}]$
Uzorak D0	0,063	0,631
Uzorak D2	0,064	0,835
Uzorak D3	0,063	0,611

Tablica 6.6. Srednje vrijednosti parametara hrapavosti \bar{R}_a i \bar{R}_z na uzorcima skupine C izmjerene na uređaju Surface Roughness Tester TR 200/210/220 [24]

Uzorak	$\bar{R}_a, [\mu\text{m}]$	$\bar{R}_z, [\mu\text{m}]$
Uzorak C0	0,134	0,734
Uzorak C2	0,036	0,248
Uzorak C3	0,048	0,360

Iz rezultata je vidljivo da kod uzoraka iz skupine D (tablica 6.5.) parametri hrapavosti R_a i R_z s nanošenjem prevlaka TiN/TiCN (D2), odnosno TiN/TiBN (D3) praktički ne mijenjaju svoj iznos u odnosu na neprevučene uzorke (D0), dok je kod uzoraka iz skupine C (tablica 6.6.) nastupilo sniženje vrijednosti parametara hrapavosti R_a i R_z prevučenih uzoraka (C2 i C3) u odnosu na neprevučene uzorke (C0). Za objašnjenje dobivenih rezultata potrebno je zaviriti u mikrostrukturu čelika. Čelik oznake D (K110) sadrži krupne karbide koji se dobro bruse i poliraju jer se čvrsto drže za matricu, stoga su se tim postupcima postigle i nešto niže vrijednosti parametara hrapavosti kod neprevučenih uzoraka (D0) u odnosu na neprevučene uzorke (C0) čelika oznake C (K390 MC) koji sadrže sitne karbide koji se u postupcima brušenja i poliranja izvlače na površinu i dodatno povisuju hrapavost površine. U postupku otprašivanja kod uzoraka iz skupine D ne dolazi do značajnih promjena parametara hrapavosti (mali porast R_z), dok kod uzoraka iz skupine C dolazi do smanjenja parametara hrapavosti što se može objasniti micanjem sitnih karbida s površine.

6.4. Gubitak mase erozijskim trošenjem

Nakon ispitivanja erozijskog trošenja i vaganja uzoraka dobije se podatak o gubitku mase pojedinog uzorka koji se određuje prema izrazu:

$$\Delta m = m_1 - m_2 \quad (1)$$

pri čemu je:

- m_1 - masa uzorka prije ispitivanja, [g],
- m_2 - masa uzorka nakon ispitivanja, [g].

Ukupan i srednji gubitak mase izračunat je za sva 4 ispitivanja na obje površine svakog uzorka, a usporedba gubitka mase trošenih uzoraka provedena je prema sljedećim izrazima (2) i (3):

$$\Delta m_0 = \Delta m_{\text{osnovni}}$$

$$\Delta m_2 = \Delta m_{\text{TiN/TiCN}}$$

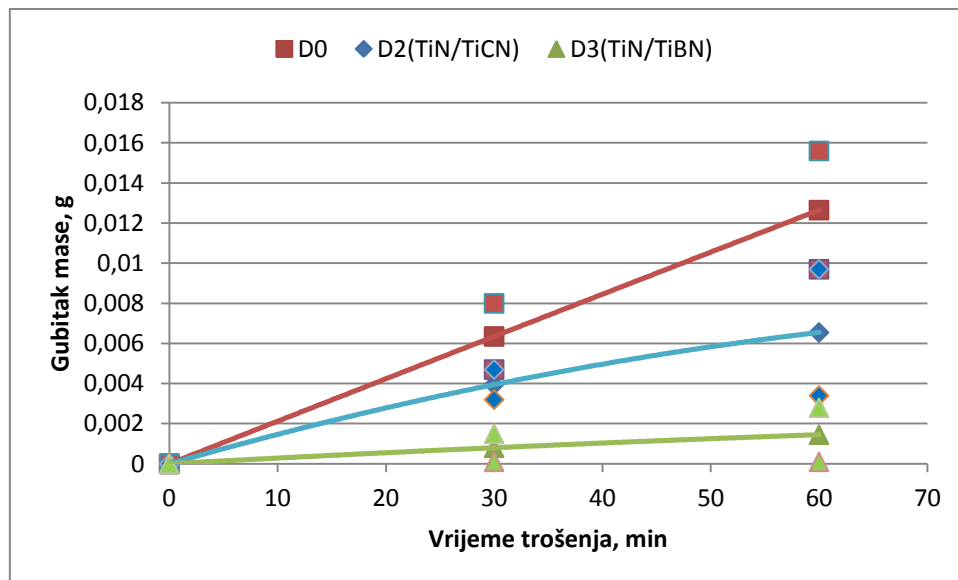
$$\Delta m_2 = \Delta m_{\text{TiN/TiBN}}$$

$$\Delta m_{\text{rel}} = \left(\frac{\Delta m_0 - \Delta m_2}{\Delta m_2} \right) \times 100\% \quad (2)$$

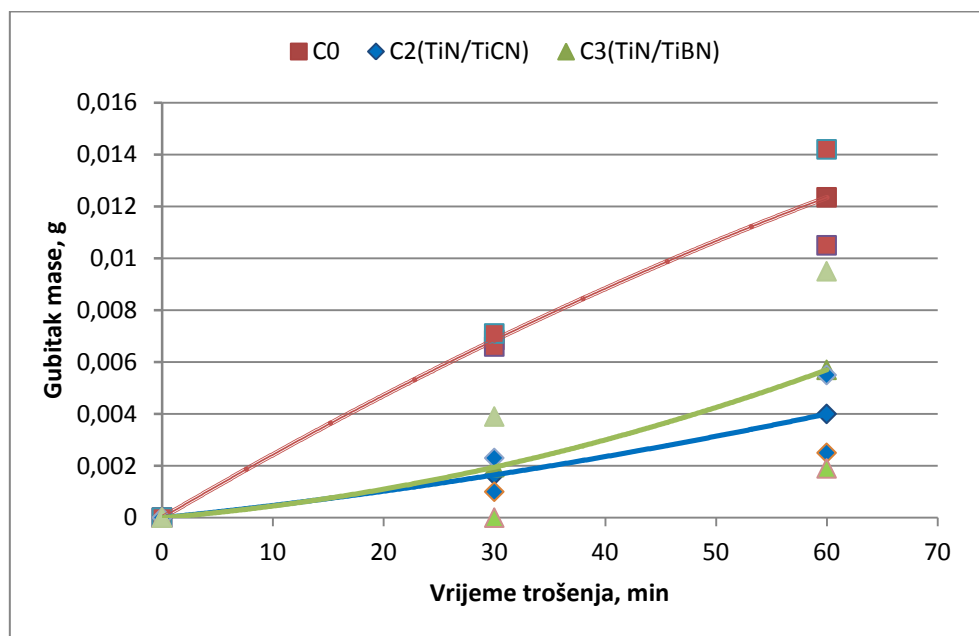
$$\Delta m_{\text{rel}} = \left(\frac{\Delta m_0 - \Delta m_3}{\Delta m_3} \right) \times 100\% \quad (3)$$

Na slikama 6.7. i 6.8. prikazan je gubitak mase u ovisnosti o vremenu trošenja. Prikazane su krivulje sa srednjim vrijednostima kumulativnog gubitka mase. One pokazuju trend trošenja prevlaka u odnosu na trošenje osnovnog materijala. Kod oba čelika je vidljivo da se neprevučeni uzorci troše gotovo linearno i brzo, dok se kod prevučenih uzoraka, postupnim gubitkom prevlake, povećava gubitak mase. Iz slika 6.7 i 6.8 uočava se značajno povećanje otpornosti na trošenje prevučenih uzoraka u odnosu na neprevučene za oba ispitivana čelika. Na uzorcima od čelika K110 prevlaka TiN/TiCN pokazala je nešto slabiju otpornost na erozijsko trošenje u odnosu na

prevlaku TiN/TiBN. Kod čelika K390 MC trošenje obje ispitivane prevlake je podjednako.

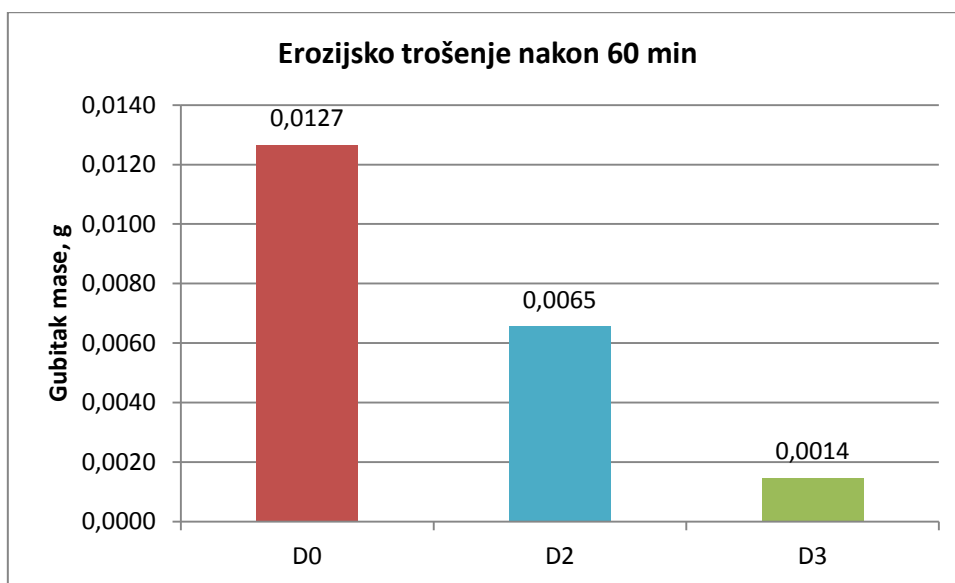


Slika 6.7. Gubitak mase u ovisnosti o vremenu trošenja za ispitne uzorke od čelika K110 (D)



Slika 6.8. Gubitak mase u ovisnosti o vremenu trošenja za ispitne uzorke od čelika K390 MC(C)

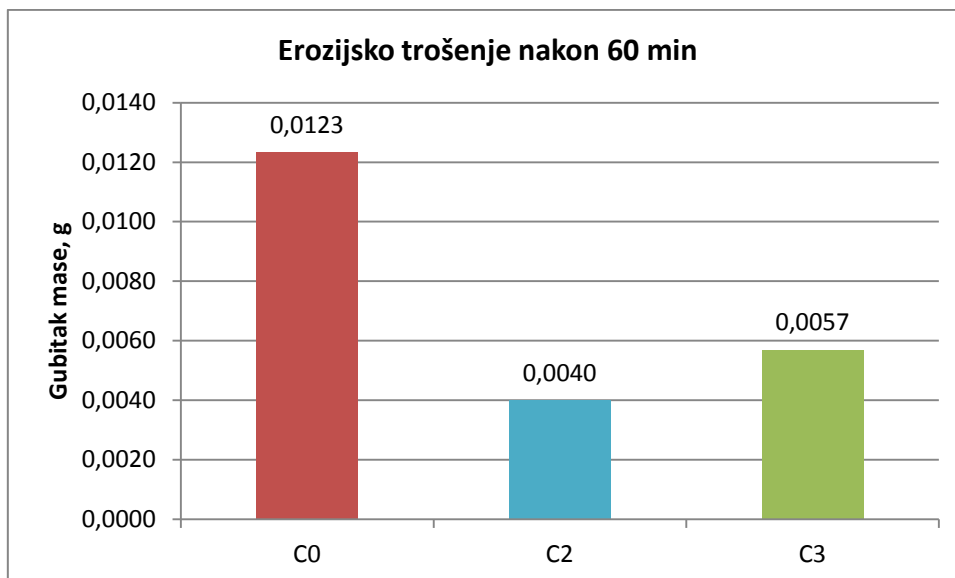
Slike 6.9. i 6.10. prikazuju ukupni gubitak mase uzoraka nakon 60 min ispitivanja. Usporedba rezultata ispitivanja pokazuje značajno povećanje otpornosti na erozijsko trošenje oba alatna čelika za hladni rad primjenom plazmatskog nitriranja i TiCN odnosno TiBN PACVD prevlaka u odnosu na neprevučene površine uzoraka na kojima je provedena samo osnovna toplinska obrada (kaljenje i popuštanje).



Slika 6.9. Ukupni gubitak mase za uzorke iz skupine D nakon 60 min ispitivanja

Iz rezultata ispitivanja čelika oznake D (K110) nakon 60 minuta ispitivanja prikazanih na slici 6.9. može se zaključiti sljedeće:

- Neprevučena površina uzoraka D0 pokazuje značajno veći gubitak mase od prevučenih površina uzoraka D2 i D3.
- Uzorci prevučeni TiN/TiCN prevlakom (D2) pokazuju 0,95 puta manji gubitak mase od neprevučenih uzoraka (D0).
- Uzorci prevučeni TiN/TiBN prevlakom (D3) pokazuju 8,1 puta manji gubitak mase od neprevučenih uzoraka (D0).



Slika 6.10. Ukupni gubitak mase za uzorke iz skupine C nakon 60 min ispitivanja

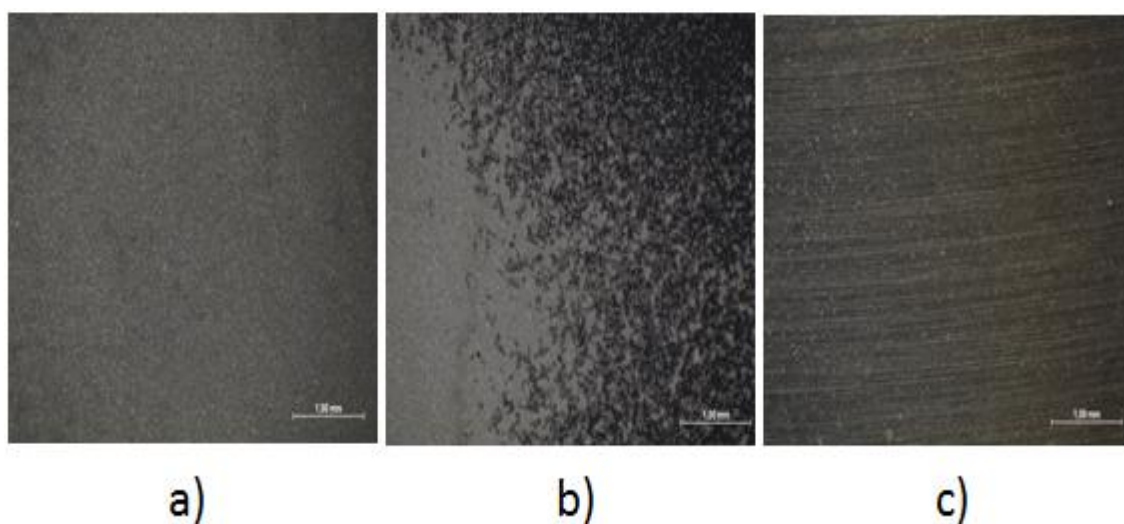
Iz rezultata ispitivanja čelika oznake C (K390) nakon 60 minuta ispitivanja prikazanih na slici 6.10. može se zaključiti sljedeće:

- Nprevučena površina uzoraka C0 pokazuje značajno veći gubitak mase od prevučenih površina uzoraka C2 i C3.
- Nprevučeni uzorci C0 pokazali su sličan gubitak mase u usporedbi s nprevučenim uzorcima D0.
- Uzorci prevučeni TiN/TiCN prevlakom (C2) pokazuju 2,1 puta manji gubitak mase od nprevučenih uzoraka (C0).
- Uzorci prevučeni TiN/TiBN prevlakom (C3) pokazuju 1,2 puta manji gubitak mase od nprevučenih uzoraka (C0).

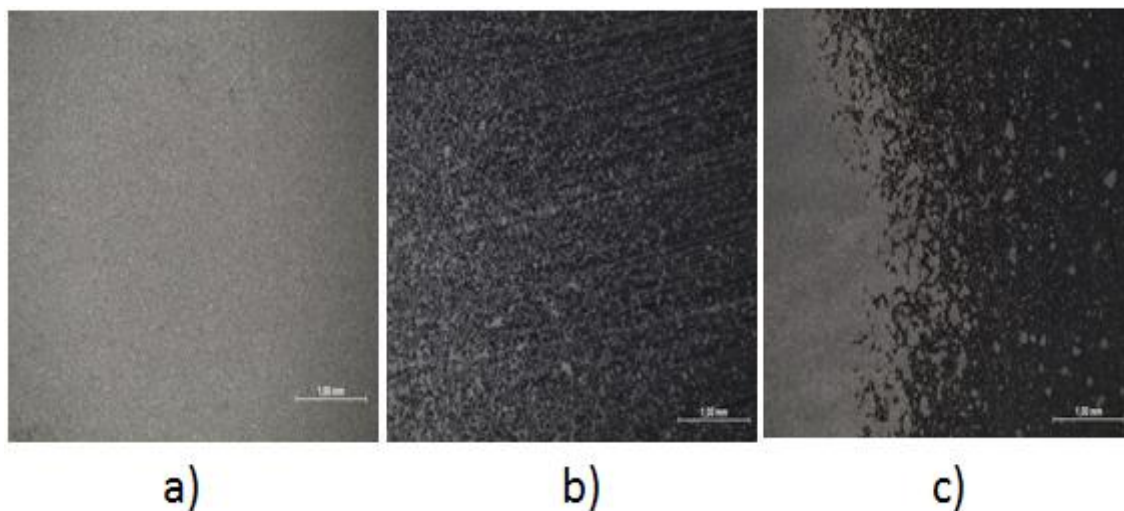
Rezultati ispitivanja pokazuju kako obje prevlake prevučene na oba čelika povoljno utječu na otpornost prema erozijskom trošenju. Najbolju otpornost pokazuje TiN/TiBN prevlaka prevučena na čelik K110 (D3) što nije očekivan rezultat, međutim zahvaljujući rezultatima adhezivnosti prevlake koji su za taj uzorak gotovo pa idealni, kao i najveće debljine prevlake od svih ispitanih uzoraka te male hrapavosti površine, možemo doći do objašnjenja tako dobrih rezultata.

6.5. Analiza trošenih površina

Izgled trošenih površina snimljen na stereomikroskopu prikazan je na slikama 6.11 i 6.12.



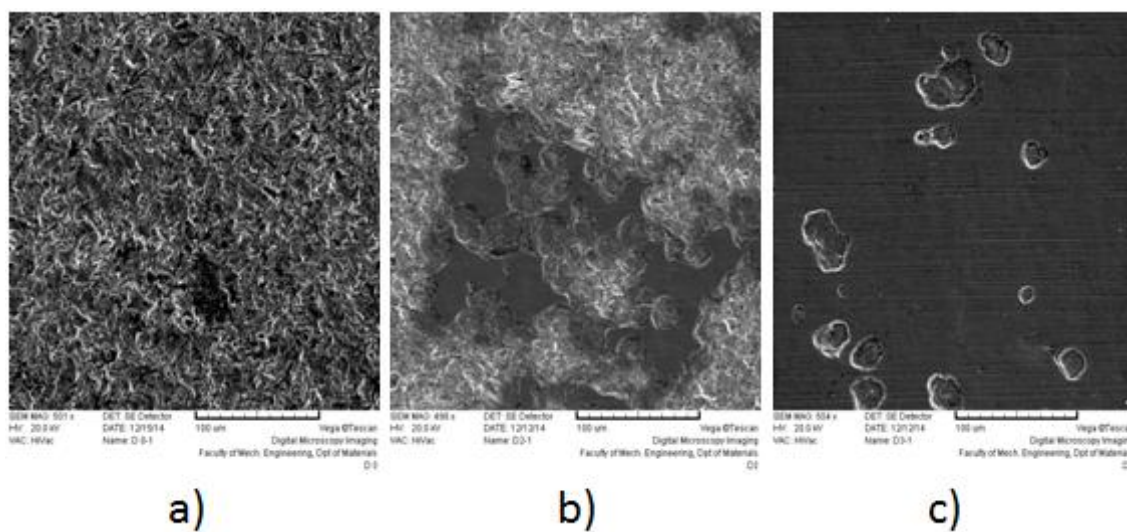
Slika 6.11. Trošene površine uzoraka od čelika K110 snimljene na stereomikroskopu: a) uzorci D0, b) uzorci D2, c) uzorci D3



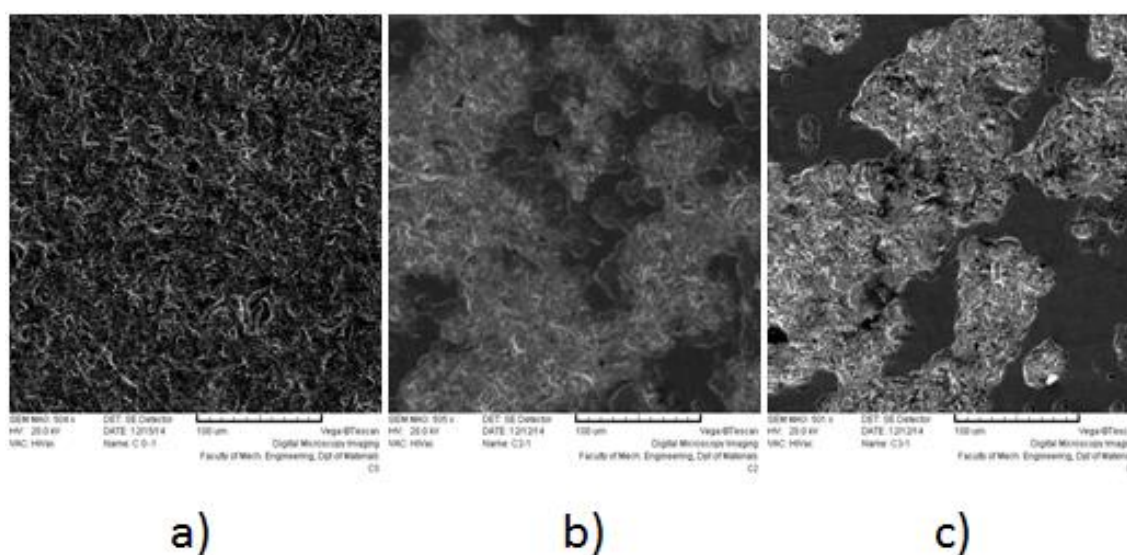
Slika 6.12. Trošene površine uzoraka od čelika K390 MC snimljene na stereomikroskopu: a) uzorci C0, b) uzorci C2, c) uzorci C3

Slike snimljene na stereomikroskopu pokazuju uobičajno jednolično trošenje erozijom izazvano erozivnim česticama pijeska kod neprevučenih uzoraka oba čelika (slike 6.11a. i 6.12a.). Kod uzoraka D2 (slika 6.11b.) je vidljivo kako je prevlaka probijena do osnovnog materijala u dijelu najveće izloženosti trošenju česticama uz prisutnost velikog broja kratera oko prevlake. Uzorci D3 (Slika 6.11c.) pokazuju odličnu otpornost erozijskom trošenju s parcijalnim brazdama u smjeru trošenja i odvojenim kraterima trošenja. Slika 6.12b. prikazuje uzorke C2 koji također pokazuju dobru otpornost erozijskom trošenju, a promatranjem snimke stereomikroskopom vidljiva je mjestimična prisutnost odvojenih brazdi s kraterima trošenja koji su prisutni u većoj mjeri nego kod uzoraka D3. Naposljetku, izgled površine trošenja uzoraka C3 (slika 6.12c.) pokazuje velike kratere trošenja oko prevlake kao i potpunu istrošenost prevlake u području najvećeg intenziteta trošenja.

Još jasnija slika trošenih površina uzoraka prikazana je na slikama 6.13. i 6.14. koje su snimljene na SEM-u. Na snimkama su jasno vidljivi duboki krateri, brazde i nakupine materijala u obliku usana kod uzoraka D0 i C0 (slike 6.13a. i 6.14a.). Kod uzoraka D2 (slika 6.13b.) vidljivi su duboki krateri trošenja na većem dijelu površine koji se nalaze oko prevlake koja se još uvijek relativno dobro drži uz površinu. Uzorci D3 (slika 6.13c.) pokazuju jako dobru otpornost sa samo par izoliranih otočića trošenja na mjestima najvećih impulsa udaraca. Uzorci C2 (slika 6.14b.), slično kao i uzorci D2 imaju veliki broj kratera koji su doduše i plići. Kod uzoraka C3 (slika 6.14c.) prisutan je velik broj dubokih kratera trošenja s delaminacijom površine uz rub traga trošenja.



Slika 6.13. SEM slike erodiranih površina čelika K110 nakon 60 min: a) uzorci D0, b) uzorci D2, c) uzorci D3



Slika 6.14. SEM slike erodiranih površina čelika K390 MC nakon 60 min: a) uzorci C0, b) uzorci C2, c) uzorci C3

7. ZAKLJUČAK

U svrhu povećanja otpornosti na erozijsko trošenje, visokolegirani čelici za hladni rad oznake K110 i K390 MC prevučeni su prevlakama TiN/TiCN i TiN/TiBN postupkom PACVD. U radu su se istražile karakteristike površinskih slojeva te se provelo ispitivanje erozijskog trošenja mlazom suhog pijeska. Na temelju provedenih istraživanja zaključuje se sljedeće:

- Nprevučeni uzorci čelika K390 MC pokazuju sličan gubitak mase nakon 60 minuta erozijskog trošenja kao i nprevučeni uzorci čelika K110.
- Oba ispitivana čelika (K110 i PM K390 MC) pokazala su se prikladnim za prevlačenje PACVD prevlakama.
- Adhezivnost TiN/TiCN prevlake se pokazala boljom od TiN/TiBN kod čelika K390 MC, dok suprotno tome, kod čelika K110 TiN/TiBN prevlaka pokazuje bolju adhezivnost i stupanj delaminacije od TiN/TiCN prevlake.
- Prevlaka TiN/TiBN pokazuje niže vrijednosti parametara hrapavosti R_a i R_z kod čelika K110 u odnosu na TiN/TiCN prevlaku. Kod čelika K390 MC vrijednosti parametara hrapavosti R_a i R_z su niže kod prevlake TiN/TiCN u odnosu na TiN/TiBN prevlaku.
- Najbolja otpornost na erozijsko trošenje postignuta je nakon višeslojnog prevlačenja čelika K110 prevlakom PACVD TiN/TiBN. Navedena prevlaka ima čak 8,1 puta manji gubitak mase u odnosu na nprevučene uzorke čelika K110. Ispitni uzorci prevučeni višeslojnom prevlakom PACVD TiN/TiCN na oba ispitana čelika kao i prevlaka TiN/TiBN na čeliku K390 MC pokazuju značajno manji gubitak mase (oko 1 do 2 puta) u odnosu na nprevučene uzorke, ali ipak ne tako dobru otpornost na erozijsko trošenje kao prevlaka TiN/TiBN na čeliku K110.

U cilju povećanja otpornosti na trošenje i povećanja adhezivnosti prevlaka u specifičnim eksploatacijskim uvjetima, daljnja istraživanja bi se trebala usmjeriti na traženje optimalne kombinacije parametara PACVD postupka.

8. LITERATURA

- [1] M. Novosel, F. Cajner, D. Krumes: *Alatni materijali*, Strojarski fakultet u Slavonskom Brodu, Trg I.B. Mažuranić 2, Sveučilište J.J. Strossmayera u Osijeku, 1996.
- [2] F. Cajner, D. Landek: *Predavanja iz kolegija "Posebni metalni materijali"*, Autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2015.
- [3] ... "BÖHLER K110"
- [4] ... "BÖHLER K390 MC"
- [5] C. Mitterer, F. Holler, D. Reitberger, E. Badisch, M. Stoiber, C. Lugmair, R. Nöbauer, Th. Müller, R. Kullmer: Industrial application of PACVD hard coatings, *Surface and Coatings Technology*, no. 163 - 164, pp. 716 - 722, 2003.
- [6] K.L. Choy: Chemical vapour deposition of coatings, *Progress in material science*, no. 48, pp. 57 – 67, 2003.
- [7] F. Cajner, D. Landek, H. Rafael, J. Jačan, D. Bogdanić: Wear resistance of TiN/TiCN and TiN/Ti-B-N multilayer coatings fabricated by the pulsed DC PACVD process on K390 MC cold work tool steel, *Proceeding of the EU Conference on Heat Treatment and 22nd IFHTSE Congress, Venice, Italy*, 20-22. 05. 2015.
- [8] F. Cajner, I. Kumić, S. Kovačić, M. Cingesar: *Publikacija ARISE projekta*, FSB, Zagreb, 2014.
- [9] S.S. Eskildsen, C. Mathiasen, M. Foss, Plasma CVD: Process capabilities and economic aspects, *Surface and Coatings Technology*, no. 116 – 119, pp. 18 – 24, 1999.
- [10] <http://www.precisionfab.net/tutorials02.aspx>
- [11] Y. Iwai, T. Honda, H. Yamada, T. Matsubara, M. Larsson, S. Hogmark: Evaluation of wear resistance of thin hard coatings by a new solid particle impact test, *Wear*, 251, 861 – 867, 2001.
- [12] H. Elmkhah, F. Mahboubi, A. Abdollah-Zadeh, S. Ahangarani, M. Raoufi, M. S. Mahdipoor: Size-dependency of corrosion behavior for TiN nanostructure coatings deposited by the PACVD method, *Materials Letters*, no. 82, pp. 105 – 108, 2012.

- [13] M. Stoiber, E. Badisch, C. Lugmair, C. Mitterer: Low-friction TiN coatings deposited by PACVD, *Surface and Coatings Technology*, no. 163 – 164, pp. 451 – 456, 2003.
- [14] Y.L. Su, W.H. Kao: Optimum multilayer TiN–TiCN coatings for wear resistance and actual application, *Wear*, no. 223, pp. 119 – 130, 1998.
- [15] S. Kovačić: Utjecaj nitriranja i prevlačenja na svojstva alatnih čelika za topli rad, Doktorski rad, FSB, Zagreb, 2015.
- [16] M.J. Son, S.S. Kang, E.A. Lee, K.H. Kim: Properties of TiBN coating on the tool steels by PECVD and its applications, *Journal of Materials Processing Technology*, no. 130 – 131, pp. 266 – 271, 2002.
- [17] K. Grilec, S. Jakovljević: Predavanja iz kolegija „*Tribologija*“, Autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2015.
- [18] G.L. Sheldon, A. Kanshere: An investigation of impingement erosion using single particles, *Wear*, no. 21, pp. 195-209, 1972.
- [19] I. Kleis, P. Kulu: Solid Particle Erosion, Springer, Ehitajate tee 5, Tallinn University of Technology, Estonia, 2008.
- [20] I. Kladarić, V. Ivušić: Otpornost na umor površine poboljšanog nodularnog lijeva, *MATRIB*, no. 99, pp. 119-127, 1999.
- [21] F. Cajner, B. Matijević, K. Grilec, S. Jakovljević: Predavanja i vježbe iz kolegija „*Tribologija i inženjerstvo površina*“, Autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2014.
- [22] D. Landek: Karakterizacija površinskih slojeva I, Autorizirane vježbe, FSB, Zagreb, 2015.
- [23] B. Runje: Ispitivanje hrapavosti tehničkih površina, Autorizirana predavanja, FSB, Zagreb, 2014.
- [24] A. Balaton: Ispitivanje utjecaja prevlačenja PACVD postupkom na promjenu površinske hrapavosti i topografije površine, Završni rad, FSB, Zagreb, 2015.

PRILOZI

Prilog 1.1. Rezultati ispitivanja otpornosti na eroziju ispitnih uzoraka izrađenih od K110 čelika

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase uzorka	Vrijeme trošenja erozijom, min		
		0	30	60
D0	m, g	21,9797	21,975	21,97
		21,9651	21,9571	21,9495
	m_{sr} , g	21,9724	21,9661	21,9598
	$\Delta m_{sr,1}$, g	0	0,0063	0,0063
	$\Delta m_{cum,1}$, g	0	0,0063	0,0127
D2	m, g	21,9692	21,966	21,9658
		21,9639	21,9592	21,9542
	m_{sr} , g	21,9666	21,9626	21,9600
	$\Delta m_{sr,1}$, g	0	0,0039	0,0026
	$\Delta m_{cum,1}$, g	0	0,0039	0,0065
D3	m, g	21,915	21,9149	21,9149
		21,9128	21,9113	21,91
	m_{sr} , g	21,9139	21,9131	21,9125
	$\Delta m_{sr,1}$, g	0	0,0008	0,0007
	$\Delta m_{cum,1}$, g	0	0,0008	0,0014

Prilog 1.2. Kumulativni gubitak mase za ispitne uzorke izrađene od K110 čelika

Vrijeme trošenja erozijom, [min]	D0	D2	D3
0	0	0	0
30	0,0063	0,0039	0,0008
60	0,0127	0,0065	0,0014

Prilog 2.1. Rezultati ispitivanja otpornosti na eroziju ispitnih uzoraka izrađenih od K390 čelika

Oznaka uzorka	Masa i gubitak mase uzorka	Vrijeme trošenja erozijom, min		
		0	30	60
C0	m, g	21,4866	21,48	21,4761
		21,4710	21,4639	21,4568
	m_{sr} , g	21,4788	21,472	21,4665
	$\Delta m_{sr,1}$, g	0	0,0069	0,0055
	$\Delta m_{cum,1}$, g	0	0,0069	0,0123
C2	m, g	21,5267	21,5257	21,5242
		21,5224	21,5201	21,5169
	m_{sr} , g	21,5246	21,5229	21,5206
	$\Delta m_{sr,1}$, g	0	0,0017	0,0023
	$\Delta m_{cum,1}$, g	0	0,0017	0,004
C3	m, g	21,4783	21,4783	21,4764
		21,4748	21,4709	21,4653
	m_{sr} , g	21,4766	21,4746	21,4709
	$\Delta m_{sr,1}$, g	0	0,0019	0,0038
	$\Delta m_{cum,1}$, g	0	0,0019	0,0057

Prilog 2.2. Kumulativni gubitak mase za ispitne uzorke izrađene od K390 čelika

Vrijeme trošenja erozijom, [min]	C0	C2	C3
0	0	0	0
30	0,0069	0,0017	0,0019
60	0,0123	0,004	0,0057